



Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C.

***EFEECTO DE LA ADICION DE ACIDO
BORICO SOBRE LA PELICULA DE
ANODIZADO DE LA ALEACION DE
ALUMINIO 2024.***

“Tesis que como Requisito para obtener el Grado de Maestro en
Ciencias en Materiales presenta:”

Ing. Jesús Antonio Chávez Hernández

Director (es) de tesis:

Dr. Carlos Domínguez Ríos

Cd. Chihuahua, Chihuahua, Enero de 2013.

DEDICATORIA.

A mis padres:

Sra. Guadalupe Hernández Bernal y Sr. Jesús Chávez Rivas.

Por todo el apoyo brindado durante toda mi vida y por ser siempre un ejemplo a seguir.

A mi esposa:

Luz Angélica Ortiz Núñez.

Por todo el amor y comprensión brindados cada día. Por ser mi compañera y confidente de vida.

¡Te amo!

A mis hijos:

Adriel Chávez Ortiz y Jesús Antonio Chávez Ortiz†.

Por esa hermosa sonrisa que todos los días me da la fuerza y la motivación para continuar superándome personal y profesionalmente. Por cuidarme cada día, mi angelito.

AGRADECIMIENTOS

Al *Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMA*V) por todo el apoyo brindado para la realización de este proyecto.

Al *Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT)* por el apoyo económico proporcionado para la realización de esta maestría.

Al *Dr. Carlos Domínguez Ríos* por su apoyo, compañerismo y conocimiento compartido.

A los *técnicos del Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMA*V) que participaron en la realización de este proyecto, muy en especial al Ing. Roal Torres Sánchez por su amistad, apoyo y conocimiento proporcionado.

A mis *compañeros de maestría* por su amistad, tiempo compartido, buenas experiencias y brindarme su apoyo.

INDICE

I. TITULO. (i)

II. DEDICATORIA Y AGRADECIMIENTOS. (ii)

III. INDICE. (iv)

IV. RESUMEN. 1

V. INTRODUCCION. 3

5.1 Marco Teórico. 3

5.2 Hipótesis. 19

5.3 Objetivo Principal. 19

5.4 Objetivos Particulares. 20

VI. MATERIALES Y METODOS. 21

6.1 *Diseño y construcción de la celda electrolítica.* 21

6.1.1 Soportes universales. 22

6.1.2 Pinzas de tres dedos. 22

6.1.3 Varillas de conducción – sujeción. 22

6.1.4 Tuercas de conducción – sujeción. 22

6.1.5 Base para Vaso de Precipitado. 22

6.2 *Preparación de muestras.* 24

6.2.1 Corte de placas de Aluminio 2024. 24

6.2.2 Barrenado de placa de Aluminio 2024. 24

6.2.3 Preparación superficial. 24

6.3 *Experimentación (Proceso de Anodizado).* 25

6.3.1 Características Cátodo – Ánodo. 25

6.3.2 Condiciones de experimentación. 25

6.4 *Caracterización.* 28

6.4.1 Análisis de espesor de película de anodizado. 28

6.4.2 Análisis de morfología superficial. 29

6.4.3 Análisis de picaduras de oxidación (pitting). 30

6.4.4 Análisis de composición elemental. 30

- 6.4.5** Análisis por difracción de rayos X. 31
- 6.4.6** Análisis de microdureza knoop (HK). 31
- 6.4.7** Análisis de nanodureza. 32
- 6.4.8** Análisis de modulo de elasticidad. 32
- 6.4.9** Análisis de rugosidad media. 33
- 6.4.10** Análisis de poros de anodizado. 34
- 6.4.11** Análisis de respuesta corriente – tiempo. 34

VII. RESULTADOS Y DISCUSION. 35

- 7.1** Análisis de espesor de película de anodizado. 35
- 7.2** Análisis de morfología superficial. 42

- 7.2.1 Análisis de morfología superficial por microscopia óptica. 42*
- 7.2.2 Análisis de morfología superficial por microscopia electrónica de barrido. 44*
- 7.2.3 Mecanismo de generación de picaduras de oxidación. 49*

- 7.3** Análisis de picaduras de oxidación. 52
- 7.4** Análisis de composición elemental. 55
- 7.5** Análisis por difracción de rayos X. 59
- 7.6** Análisis de Microdureza Knoop (HK). 60
- 7.7** Análisis de Nanodureza. 65
- 7.8** Análisis de modulo de elasticidad. 68
- 7.9** Análisis de rugosidad media. 72
- 7.10** Análisis de poros de anodizado. 77
- 7.11** Análisis de respuesta corriente – tiempo. 83

VIII. CONCLUSIONES. 87

IX. BIBLIOGRAFIA. 90

IV. RESUMEN.

El anodizado de aluminio es considerado como uno de los principales procesos de recubrimiento por conversión química de aleaciones de aluminio, presentando una mejora significativa de las propiedades mecánicas, contra desgaste y abrasión y excelente resistencia a la corrosión. Por tales motivos, este proceso ha tomado gran importancia en la industria aeroespacial ya sea como producto final o en una gran variedad de aplicaciones en equipos específicos.

En la actualidad existen una gran cantidad de electrolitos de anodizado que han sido desarrollados y patentados durante el último siglo, sin embargo, los tres procesos más importantes son el anodizado con ácido crómico, ácido sulfúrico y ácido oxálico. La morfología de la película de óxido obtenida durante los procesos de anodizado se controla dependiendo del electrolito y las condiciones de anodizado usadas. Las condiciones del proceso de anodizado presentan una gran influencia en las propiedades del óxido formado. El uso de temperaturas y concentraciones de ácido bajas va a permitir menor porosidad y películas más duras. Temperaturas y concentraciones altas, así como tiempo de anodizado largo van a producir un recubrimiento menos duros y de mayor porosidad.

En los últimos años se han hecho grandes esfuerzos por desarrollar electrolitos con base en la combinación de ácidos, como lo es el electrolito de combinación de ácido sulfúrico – bórico, con la finalidad de igualar y mejorar las propiedades presentadas por los procesos más importantes de anodizado, reduciendo costos de producción y eliminando problemas de salud y contaminación que presentan algunos de los procesos de anodizado clásicos. El desarrollo del electrolito con mezcla de ácidos sulfúrico – bórico ha causado mucho interés en la actualidad, la gran falta de información sobre el tipo de morfología desarrollada por la película de anodizado formada y las propiedades presentadas es debido a la gran cantidad de variables de proceso que pueden ser modificadas, obteniendo en cada modificación resultados totalmente diferentes.

Muchas de las investigaciones de aluminio anodizado se han enfocado a evaluar los cambios de morfología empleando diferentes parámetros de procesos en aluminio puro o con bajo contenido de elementos aleantes, en los cuales se presenta una morfología homogénea. Sin embargo, es importante estudiar el comportamiento morfológico de la película de anodizado y sus propiedades en aluminio con elementos aleantes importantes.

En el presente trabajo de tesis se desarrolló una película de anodizado sobre la aleación de aluminio 2024-T3 con un electrolito de ácidos sulfúrico – bórico, bajo tres diferentes combinaciones de concentración de ácidos, a diferentes temperaturas de baño electrolítico y voltajes de anodizado. Los objetivos fueron comparar las diferentes morfologías y propiedades obtenidas de la película de anodizado desarrollada bajo diferentes parámetros de proceso, determinar las principales variables que influyen sobre la morfología de la película de anodizado depositada en la aleación de aluminio 2024-T3 y establecer experimentalmente las mejores condiciones del proceso de anodizado, definiendo las variables que presentan los mejores resultados y que mejoren considerablemente el desempeño del aluminio anodizado.

Los resultados permitirán desarrollar procesos industrializados de anodizado de aluminio sobre aleaciones de la serie 2000, la cual es ampliamente usada en la industria aeroespacial, esto permitirá impulsar esta industria en nuestro país ya que actualmente este tipo de procesos no se llevan a cabo en México.

V. INTRODUCCION.

5.1 Marco Teórico.

A medida que la industria aeroespacial tiene una mayor demanda en el desempeño de los materiales utilizados, el acabado de las superficies de estos materiales se vuelve una parte muy importante para la aplicación del producto final. Los recubrimientos por conversión química juegan un rol importante ya sea solo como recubrimiento o por sus propiedades de adhesión mejoradas que presentan. Estos tipos de recubrimientos mencionados no son comparables con los anodizados, ya sea como producto final o en la gran variedad de aplicaciones disponibles para la industria aeroespacial [3].

Una pieza de aluminio, cuando es parte de una celda electrolítica en forma de ánodo, desarrolla un óxido anódico en la superficie de la pieza de aluminio. Al utilizar este proceso, conocido como anodizado, el aluminio puede ser utilizado en muchas aplicaciones que de otro modo no podría ser adecuado su uso. El proceso de anodizado forma una película de óxido, la cual crece desde el metal base como parte integral del metal y cuando es aplicada adecuadamente proporciona al aluminio un recubrimiento duro el cual es mecánicamente superior, con excelentes propiedades de desgaste y presenta una resistencia a la corrosión y a la abrasión mucho mayor que los recubrimientos por conversión química. Todos los procesos de anodizado utilizan corriente eléctrica por medio de una fuente de voltaje para formar la película de óxido. La corriente fluye a través del electrolito en el cual el aluminio es el ánodo, debido a esto, se deriva el nombre de anodizado. La naturaleza del electrolito, la reacción producida durante el proceso, el tipo de aleación de aluminio utilizada y los parámetros de operación determinan la estructura y las propiedades de la película de óxido formada sobre el aluminio [2] [3].

El anodizado del aluminio puede considerarse un proceso de pasividad acelerada mediante la corriente continua. La capa de óxido de aluminio crece poco a poco hasta llegar a espesores del orden de 25 a 60 μm , sin embargo, no crece en espesor todas las micras conseguidas en la oxidación, sino que una parte importante penetra en la parte interna de la superficie del aluminio y una pequeña porción aproximadamente del 33% crece en espesor. El proceso químico de formación de la película de óxido en los anodizados de aluminio, presentan el siguiente mecanismo [10]:

- El oxígeno que va formándose en el ánodo es el que va oxidando la superficie de aluminio dando lugar a hidróxido de aluminio, el cual,

debido al excesivo calor desprendido durante la oxidación se deshidrata y pasa a formar el óxido de aluminio [10].

La capa de óxido, también conocida como película de óxido, consiste en una delgada barrera de óxido de configuración no porosa, la cual es continua sobre la superficie del metal base, esta barrera generalmente es de alrededor de 10 a 50 nm de espesor. Encima de esta barrera se encuentra la principal región de óxido con configuración porosa, las películas de óxido producidas en aluminio de alta pureza, desarrollan un arreglo de celda tipo empaque hexagonal muy similar a un panal de abejas, cada celda es compuesta por alúmina amorfa y desarrollan un poro central, las celdas se encuentran orientadas a ángulos rectos de la superficie de aluminio (**figura 1**) [11].

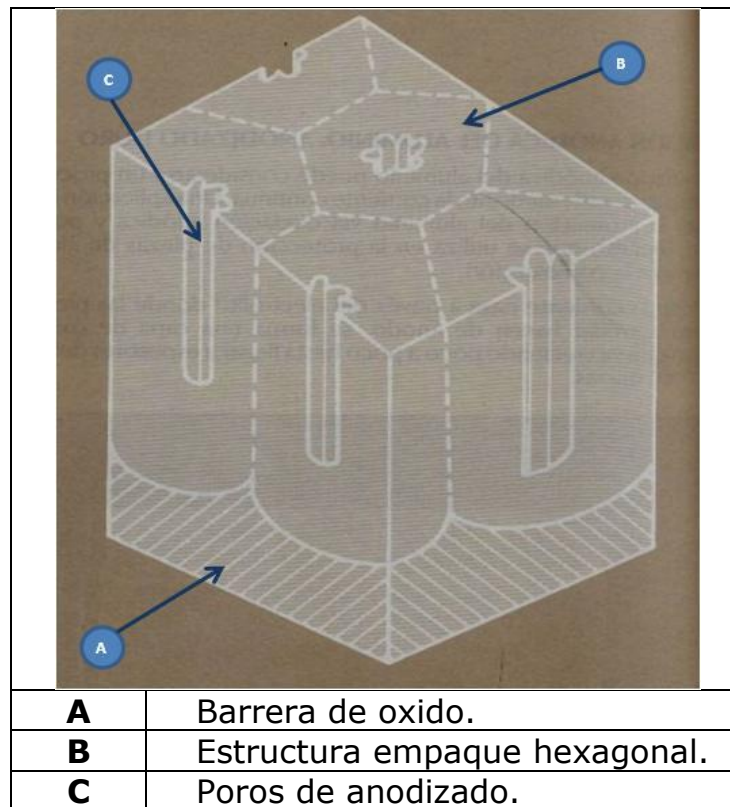


Figura 1. Estructura de las celdillas que forman la capa de óxido de aluminio.

El anodizado de aluminio se desarrolla en una gran variedad de electrolitos, empleando diferentes condiciones de operación incluyendo la concentración y composición del electrolito, temperatura, voltaje y amperaje. Dependiendo de las condiciones de proceso, el anodizado proporcionara una superficie con propiedades específicas, según las expectativas y la aplicación deseada. Algunas de las razones para aplicar anodizado al aluminio y sus aleaciones se mencionan a continuación [1]:

- *Aumentar la resistencia a la corrosión:* Los recubrimientos anódicos de óxido de aluminio son altamente resistentes a la corrosión, ataques atmosféricos y ambientes salinos. El recubrimiento anódico protege el metal base sirviendo como barrera contra los agentes corrosivos.
- *Mejorar la apariencia decorativa:* Todos los recubrimientos anódicos son brillosos y presentan una resistencia a la abrasión relativamente buena. Por lo tanto, estos recubrimientos son usados como tratamiento de acabado final cuando la apariencia natural del aluminio es deseada o cuando un patrón mecánico se desea conservar. La mayoría de los aluminios utilizados en aplicaciones arquitectónicas son anodizados.
- *Aumentar la resistencia a la abrasión:* Los procesos de anodizado duro producen recubrimiento que pueden variar desde 25 μm hasta más de 100 μm de espesor. Estos recubrimientos, con la dureza propia del óxido de aluminio, cuentan con el espesor suficiente para su uso en aplicaciones que involucran partes rotativas donde la resistencia a la abrasión es ampliamente requerida.
- *Aumentar la adhesión de pinturas:* El recubrimiento anódico proporciona una activación química superficial para la mayoría de los sistemas de pintura. Los materiales de base aluminio que son pintados para proporcionar servicio en ambientes corrosivos severos, comúnmente son anodizados antes de ser pintados.
- *Mejorar la adhesión en juntas:* Una pequeña capa de anodizado con electrolitos de ácido fosfórico o ácido crómico mejora los esfuerzos de frontera y la durabilidad en juntas. Dichos recubrimientos son ampliamente empleados en las estructuras de fuselaje de la mayoría de las aeronaves modernas.
- *Proporcionar aislamiento eléctrico:* El óxido de aluminio es dieléctrico. El voltaje de ruptura de la película anódica varía desde solo algunos volts hasta varios cientos, dependiendo de la aleación y de la naturaleza y espesor de la película. El grado de sellado también afecta las propiedades de aislamiento.

Las propiedades mecánicas de los anodizados son de gran importancia, debido a esto, se ha generado un gran interés en el estudio del coeficiente de fricción, la dureza y la rugosidad de los anodizados. El aluminio y sus aleaciones son ampliamente utilizados en la industria de la aviación, aeroespacial, transporte, empaque, construcción de barcos, industria de la construcción y otros campos. En aplicaciones estructurales, es de esperarse que los ensambles de juntas estructurales se sometan a cargas

significativas y se pueden combinar con exposición a condiciones ambientales severas durante su tiempo de servicio. Debido a esto, los tratamientos para las aleaciones de aluminio de juntas estructurales deben proporcionar no solo una fuerte resistencia a la tensión y durabilidad, sino también una buena resistencia a la corrosión [1] [5] [8].

El tipo de aleación de aluminio usado en el proceso de anodizado provocara un efecto pronunciado en el acabado de la película de óxido. Los óxidos anódicos de mayor brillo y claridad son producidos con los aluminios de mayor pureza, los óxidos se vuelven opacos a medida que la cantidad de elementos aleantes en el aluminio aumenta. Los aluminios de alta pureza (99.99% Al) y sus aleaciones con pequeñas cantidades de magnesio producen un óxido extremadamente brillante, este tipo de aluminios no tienden a opacar su brillo al ser anodizados por periodos largos. Las aleaciones con alto contenido de cobre, tales como Al-2011, Al-2017, Al-2024 y Al-2219, a pesar de que forman un óxido más delgado y de menor duración que el formado por aleaciones de alta pureza, producen sobre su superficie un acabado más duro y opaco. El magnesio en exceso de hasta un 2% presenta un efecto similar, aunque no tan pronunciado. La presencia de silicio proporciona una coloración grisácea al recubrimiento, el uso de aleaciones que contienen más del 5% de silicio no son recomendadas para su uso con acabados de coloración brillante. La presencia de hierro en la aleación puede producir óxidos muy opacos u oscuros [2].

El aluminio 2024-T3 es conocido por sus buenas propiedades de diseño, ya que es una aleación de alta resistencia endurecible por envejecimiento y es muy útil para estructuras que demanden relaciones óptimas de resistencia – peso, debido a esto, sus aplicaciones más comunes son enfocadas a la industria aeroespacial en estructuras y componentes para aviones. En la industria aeronáutica las aleaciones de aluminio 2024-T3 son utilizadas para la producción de piezas de fuselaje, por lo tanto, las piezas destinadas a este uso deben tener como características alta resistencia mecánica, bajo peso y elevada resistencia a la corrosión [7].

Una gran cantidad de electrolitos han sido probados, usados y patentados durante el último siglo, dejando solamente algunos procesos industriales importantes. De acuerdo con la biblia del anodizado, "The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and its Alloys" por Wernick, Pinner and Sheasby, los tres procesos más importantes son el de ácido crómico, ácido sulfúrico o ácido oxálico. Electrolitos como ácido fosfórico y la combinación de ácido bórico sulfúrico son usados hoy en día en el mercado de anodizado para la industria aeroespacial. Otros procesos son usados con menor frecuencia o para propósitos especiales, como lo son el de ácido

sulfúrico con ácido oxálico, ácido bórico, ácido sulfosalicílico o ácido tartárico. Con excepción de los recubrimientos de espesor delgado producidos en los procesos de anodizado duro, la mayoría de los recubrimientos anódicos presentan un rango de espesor que va desde 5 hasta 18 μm [1] [3].

El anodizado con ácido crómico fue el primer proceso de anodizado comercial patentado en 1923 por Bengough y Stuart, seguidos casi inmediatamente por el primer proceso de anodizado con ácido sulfúrico patentado en 1927. El ácido oxálico fue introducido por los Japoneses a mediados de los años 1950's. El mayor interés en la actualidad es desarrollar electrolitos con mezclas de ácidos en anodizados de recubrimientos duros para producir recubrimientos más duros en tiempos menores que los obtenidos con electrolitos de solo ácido sulfúrico. Los anodizados con ácido fosfórico y ácido sulfúrico - bórico fueron ambos desarrollados por la compañía Boeing, el primero como superficie para juntas estructurales y el segundo como reemplazo de anodizados con ácido crómico para piezas sometidas a fatiga no crítica. El proceso más común de anodizado es el de ácido sulfúrico pero para aplicaciones en la industria aeroespacial el tema se torna diferente [3].

La morfología de la película de óxido obtenida durante los procesos de anodizado se controla dependiendo del electrolito y las condiciones de anodizado usadas. Si el óxido no es soluble en el electrolito, este crecerá solamente tanto como la resistencia del óxido permita el flujo de corriente. El óxido resultante será muy delgado, no poroso y no conductivo. Si el óxido anódico es ligeramente soluble en el electrolito, entonces se formarán óxidos porosos. Como el óxido crece bajo la influencia de la corriente DC aplicada, este también disuelve y desarrolla poros. Las condiciones del proceso de anodizado tienen una gran influencia en las propiedades del óxido formado. El uso de temperaturas y concentraciones de ácido bajas va a permitir menor porosidad y películas más duras (recubrimiento duro). Temperaturas y concentraciones altas, así como tiempo de anodizado largo van a producir un recubrimiento menos duro y de mayor porosidad. Se debe recordar que el cambio de uno de los parámetros cambiara los otros, debido a que todos estos están íntimamente relacionados [2].

En la **tabla 1** se presentan los procesos de anodizado más comunes desarrollados tanto para aplicaciones de ingeniería como para fines decorativos y de arquitectura, también se puede observar los parámetros de proceso, aplicaciones y otras características comunes para cada uno de los procesos presentados.

Tabla 1. Procesos de anodizado más comunes, con sus parámetros de proceso, aplicaciones y otras características comunes.

Proceso de Anodizado	Parámetros de Proceso				Espesor de película (µm)	Aplicaciones y otras características	Ref.
	Baño Electrolítico (% peso)	Temp (°C)	Volts (V)	Tiempo (min)			
1. Acido Crómico	3 a 10 % CrO ₃ .	35 - 40	40 20 - 22	30 - 40	2 - 5	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones en ambientes marinos, dispositivos de aeronaves como tratamiento de pre-pintura y en ensambles con remaches o soldadura. • Genera una película de anodizado extremadamente delgada. • Excelente resistencia a la corrosión. • Presenta problemas de salud por considerarse altamente cancerígeno. 	[1] [2] [3]
2. Acido Sulfúrico	*NOTA: Es dividido en recubrimientos tipo II y tipo III.						
2.1 Tipo II	12 - 20 % H ₂ SO ₄ .	15 - 27	Varia	12 - 30	2.5 - 18	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones decorativas, de protección o arquitectónicas en exteriores e interiores. 	[1] [2] [3]
2.2 Tipo III	10 - 22.5 % H ₂ SO ₄ .	-2 - 10	Varia	Varia	Delgado	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones de ingeniería como la industria aeroespacial. • Presenta complicaciones de anodizado con aleaciones de la serie 2000. • Desarrolla un óxido de alta dureza, densidad y resistencia a la abrasión. • Conocido como anodizado duro (Hardcoating) 	[1] [2] [3]
3. Acido Oxálico	3 - 10 % C ₂ H ₂ O ₄ .	26 - 32	50	Varia	Hasta 50		[2]
4. Acido Fosfórico	3 - 20 % H ₃ PO ₄ .	32	10 - 15 60	Varia	Varia	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones en industria aeronáutica para juntas estructurales en ambientes de alta humedad. • Presenta gran durabilidad bajo condiciones adversas, superando al ácido crómico y sulfúrico. 	[2] [3]
5. Acido Sulfúrico - Bórico	4.5 - 5 % H ₂ SO ₄ . 0.8 % H ₃ BO ₃ . 5 % H ₃ BO ₃ .	26	15	20	3	<ul style="list-style-type: none"> • Actualmente en desarrollo. • Se presenta como principal alternativa al electrolito de ácido crómico. 	[3] [4] [5]

Es importante señalar que la aleación que va a ser procesada alterará significativamente la relación entre voltaje y densidad de corriente, conllevando a un recubrimiento de baja calidad. Esto aplica particularmente a componentes de ensambles finales, los cuales pueden contener más de una aleación. Otras variables que afectan la naturaleza del óxido por ejemplo, su espesor, dureza y porosidad, son la concentración de ácido y la temperatura del baño de anodizado, la densidad de corriente (o el voltaje aplicado, el cual en realidad controla la densidad de corriente), y el tiempo de anodizado. Estos factores deben ser controlados estrictamente con el fin de obtener resultados consistentes.

Realizando un balance de las condiciones usadas en el proceso de anodizado, se pueden producir óxidos con casi cualquier propiedad deseada, desde óxidos delgados usados en aplicaciones decorativas hasta óxidos extremadamente duros y resistentes al desgaste usados en aplicaciones de ingeniería (recubrimiento duro). Situaciones tan demandantes como aplicaciones arquitectónicas en exteriores o resistencia al desgaste, condiciones abrasivas, tales como los trenes de aterrizaje de aeronaves, no se alejan del alcance del aluminio anodizado [2].

En los últimos años se han realizado trabajos de investigación enfocados a reducir los problemas de anodizado que se presentan en las aleaciones de aluminio de la serie 2000, y en particular, en la aleación 2024-T3 por su gran demanda en la industria aeroespacial. Los problemas de anodizado que presentan la aleación 2024-T3 se atribuyen principalmente a los elementos aleantes que la constituyen, principalmente cobre y magnesio.

Por muchos años, los anodizados con ácido crómico de aleaciones de aluminio han sido un proceso efectivo para producir películas de óxido porosas. Se considera que las películas también proporcionan una resistencia superior a la corrosión que aquellas producidas por otros procesos, como lo es el anodizado con ácido fosfórico. Sin embargo, en años recientes, el uso de tratamientos de acabado de metales usando ácido crómico ha comenzado a restringirse debido a la disposición de costos del cromo, y desde el punto de vista de la salud y el medio ambiente se considera tóxico y cancerígeno, por lo que este proceso se ha limitado gradualmente hasta llegar a la prohibición. Como consecuencia de esto, se ha generado gran ímpetu en la búsqueda de procesos de reemplazo, convirtiéndose en un objeto importante y urgente en los grupos de ciencia y sectores industriales. En el caso del anodizado de las aleaciones de aluminio, un baño de mezcla de ácidos que contiene ácido sulfúrico y ácido bórico ha sido propuesto como el sustituto ideal del anodizado con ácido crómico, en términos de resistencia a la corrosión, adhesión de pinturas y efectos en la vida de fatiga. Sin embargo, el anodizado con ácido sulfúrico, sin adición de ácido bórico, ha sido asociado anteriormente con la reducción de la vida de fatiga. En la actualidad, no existe información publicada sobre el rol benéfico del ácido bórico en los procesos de anodizado, y en particular, el hecho de cómo este mejora el desempeño de las películas producidas en un anodizado convencional de ácido sulfúrico [4] [5].

Thompson *et al* realizaron investigaciones usando un electrolito con mezclas de ácido sulfúrico – bórico sobre la aleación de aluminio 2024-T3 para evaluar el efecto que presenta la adición de ácido bórico en el electrolito mencionado, en este trabajo las muestras fueron anodizadas

individualmente por tiempos seleccionados a 15V en 45 g/L de ácido sulfúrico, mezclado con ácido bórico en diferentes cantidades de 0 g/L a 50 g/L, la temperatura del baño electrolítico durante el anodizado fue de 27 °C. Este estudio de la aleación 2024-T3 falló al revelar que no existe ningún efecto de la adición de ácido bórico en la respuesta corriente – tiempo durante el anodizado. La ausencia de un rol significativo del boro se atribuye a su presencia como moléculas de H_3BO_3 en lugar de iones de borato. Por esto, la presencia de especies de boro en la película no es favorecida, comparada con la incorporación de especies de sulfuro, derivada de los iones HSO_4^- y SO_4^{2-} del electrolito. Debido a esto, las mediciones de contenido de boro en la película porosa formada en la mezcla de ácidos revelan solamente cantidades en niveles de ppm. En este trabajo los autores no proporcionaron evidencia alguna de la influencia benéfica de la adición del ácido bórico en el anodizado de la aleación de aluminio 2024-T3 para incrementar su resistencia a la corrosión [4].

En otro trabajo de investigación desarrollado por Jin-Sheng Zhang *et al*, también trabajaron con la aleación de aluminio 2024-T3 anodizada con mezclas de electrolitos, donde evaluaron la morfología de la película anódica formada, la resistencia a la corrosión y las propiedades adhesivas que presenta la película. Los diferentes procesos anodizados de las muestras se enlistan a continuación [5]:

- Anodizado con ácido crómico, 50 g/L, 40 ± 2 °C, incrementos de voltaje de 0 a 40 volts cada 10 min y al final 20 min.
- Anodizado con ácido fosfórico, 10% en peso, voltaje constante de 20 volts, por 20 min y 20 °C.
- Anodizado con ácido sulfúrico – bórico, (H_2SO_4) 5% en peso, (H_3BO_3) 0.8% en peso, a voltaje constante de 15 volts, a 26 °C por 20 min.
- Anodizado con ácido sulfúrico – bórico – fosfórico, (H_2SO_4) 5% en peso, (H_3BO_3) 0.8% en peso, (H_3PO_4) 50 g/L, voltaje constante de 18 volts, a 22 °C por 20 min.

Para el proceso de anodizado con ácido sulfúrico – bórico, observaron que a diferencia de las películas de ácido fosfórico y crómico, la superficie de la película no muestra una estructura de célula columnar. La película anódica de ácido sulfúrico – bórico muestra lotes de poros verticales. Esta micro estructura es diferente a la formada con ácido crómico y similar a la película clásica de con anodizado con ácido sulfúrico. La cantidad de poros observada es menor y el espesor de la película es de aproximadamente 3 μm . De acuerdo al peso y espesor de la película de óxido, se puede calcular la densidad aparente. Esta densidad aparente para la película con ácido sulfúrico – bórico – fosfórico es de 1.69 gr cm^{-3} , mayor a aquella calculada de la película con ácido fosfórico ($1.2 - 1.3 \text{ gr cm}^{-3}$), pero menor

a la obtenida con la película de ácido sulfúrico – bórico (2.65 gr cm⁻³). Esto muestra que la porosidad de la película anódica de ácido sulfúrico – bórico – fosfórico es mayor que la de la película con ácido sulfúrico – bórico y relativamente cercana a la película con ácido fosfórico [5].

En las pruebas de corrosión la película anódica de ácido crómico presenta una buena resistencia a la corrosión, como era de esperarse. La resistencia a la corrosión de la película anódica con ácido sulfúrico – bórico es muy similar a aquella con ácido sulfúrico – bórico – fosfórico. El resultado de resistencia a la corrosión de la película anódica de ácido fosfórico fue mucho más pobre. Con estos resultados los autores reportaron que la resistencia a la corrosión decrece en el siguiente orden: anodizado con ácido crómico > anodizado con ácido sulfúrico – bórico – fosfórico ≈ anodizado con ácidos sulfúrico – bórico > anodizado con ácido fosfórico. Para el proceso de anodizado con ácido fosfórico y ácido crómico, los cuales son los métodos más populares y aceptados como tratamientos previos para uniones estructurales, se obtuvieron esfuerzos cortantes máximos en las uniones de juntas de cerca de 23 MPa, presentando con esto excelentes propiedades adhesivas. Para anodizados con ácido sulfúrico – bórico, el esfuerzo de uniones es mucho menor, implicando que este proceso no es adecuado para uniones estructurales. Para el anodizado con ácido sulfúrico – bórico – fosfórico, el máximo esfuerzo cortante de las uniones con juntas está por encima de 20 MPa, cerca de los valores de anodizado con ácido fosfórico o crómico [5].

El proceso de anodizado con ácido sulfúrico – bórico – fosfórico, modificado por base de ácido fosfórico en el proceso de anodizado de ácido sulfúrico – bórico, produce una película relativamente con mayor cantidad de poros y de tamaños más grandes, los cuales ayudan a la permeabilidad de adhesivos, resultando esto en mejores propiedades adhesivas. Además, la resistencia a la corrosión de películas anódicas delgadas de ácido sulfúrico – bórico – fosfórico son muy similares a las de películas anódicas de ácido sulfúrico – bórico [5].

Sepúlveda *et al*, también realizó estudios de mezclas de ácido sulfúrico – bórico como electrolito en aluminio de alta pureza (Al-99.97%) y aleación de aluminio 2024-T3. En este trabajo el autor evaluó la morfología de las películas de anodizado obtenidas, el comportamiento electroquímico de los anodizados sobre diferentes muestras de aluminio y el efecto de la adición de ácido bórico al baño electrolítico. La experimentación consistió en anodizar las muestras de Al-99.97% y aluminio 2024-T3 a diferentes densidades de corriente constantes, 5 y 10 mA cm⁻², por un tiempo de 30 minutos, en mezclas de ácido sulfúrico – bórico de diferentes composiciones. La morfología de las superficies de las muestras después

del tratamiento en la superficie fue examinada en un Microscopio Electrónico de Barrido, equipado con análisis de dispersión de energía de rayos X. También se realizaron experimentos utilizando la técnica de polarización potencio dinámica [6].

En la morfología de la superficie de anodizado del aluminio de alta pureza se observó una superficie relativamente lisa, tal como se esperaba para este tipo de aluminio. En contraste, el anodizado en aluminio 2024-T3 presentó en su superficie algunas regiones con mayor brillo y distribución relativamente uniforme, asociadas con material en segunda fase, probablemente partículas intermetálicas de CuAl_2 , los análisis de dispersión de energía de rayos X de estas regiones revelan un contenido alto de cobre de alrededor del 50%. Fuera de las regiones brillosas, el análisis revela un contenido uniforme de elementos aleantes. El espesor de la película de alúmina formada en un tiempo de 30 minutos a 10 mA cm^{-2} , examinada en microscopio electrónico para la película formada en Al 2024-T3 es similar en los tres electrolitos, aproximadamente de $7 \mu\text{m}$. Además, la morfología del oxido es similar en la ausencia y presencia de ácido bórico. Esto sugiere que la adición de ácido bórico no presenta mayor influencia en el comportamiento general del anodizado de dicha aleación [6].

Al evaluar la influencia del ácido bórico en el comportamiento electroquímico de Al 99.97% y Al 2024-T3 se obtuvo que, para el aluminio de alta pureza, en las curvas potencio dinámicas se observó que la corriente de respuesta con la ausencia y presencia de ácido bórico es muy similar, la oxidación anódica del Al 99.97% comienza en aproximadamente -0.84V . Para la aleación Al 2024-T3, la oxidación anódica del aluminio comienza en -0.6V , lo cual indica un desplazamiento con respecto a la presentada por el aluminio de alta pureza de 0.26V en la dirección anódica. Este desplazamiento de potencial está principalmente asociado a la presencia de cobre en la aleación, el cual, como se esperaba, cambia el potencial de circuito abierto del aluminio en dirección anódica [6].

Camargo *et al* reportó en uno de sus trabajos el comportamiento electroquímico de la aleación de aluminio 2024-T3 con y sin película anódica a partir de ácido sulfúrico. El electrolito usado en este trabajo es una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 15% v/v a temperatura ambiente el cual se agitó durante el proceso a 100 rpm [7].

Mediante espectroscopia electroquímica de impedancias se observó que las películas anódicas presentan un comportamiento diferente al obtenido para las muestras sin anodizado, las cuales presentan un valor de ($R_p = 78.57 \text{ K ohm}$). La resistencia a la polarización o resistencia a la transferencia de

carga para las películas de óxido de aluminio fue calculada con la suma de la resistencia de la capa porosa y la resistencia de la capa barrera, para la muestra de 10 mA/cm^2 la resistencia a la transferencia de carga tiene un valor de 145.3 K ohm ; la resistencia a la transferencia de carga de las películas anódicas obtenidas con densidades de corriente de 15 mA/cm^2 y 20 mA/cm^2 , presentaron un aumento significativo con valores de 243.3 K ohm y 975.7 K ohm respectivamente, observándose que la resistencia al paso de carga de la película de óxido de aluminio obtenida con una densidad de corriente de 20 mA/cm^2 es de más de siete veces mayor con respecto a la obtenida con una densidad de corriente de 10 mA/cm^2 . La variación significativa de resistencia al paso de carga es debido al espesor de la capa crecida la cual se incrementa con la densidad de corriente usada para obtenerla [7].

Utilizando la técnica de curvas de polarización Tafel se obtuvo la velocidad de corrosión del aluminio 2024-T3 con y sin película anódica. Con esto se pudo establecer que la película que tiene una tasa de corrosión menor es la anodizada con 20 mA/cm^2 con un valor de 3.739 mpy , y que la tasa de corrosión más alta se obtiene para el sustrato, se puede concluir que a medida que aumenta la densidad de corriente de anodización disminuye la velocidad de corrosión [7].

En otro trabajo presentado por Camargo *et al*, se evaluaron las propiedades mecánicas de coeficiente de fricción, microdureza y rugosidad de películas de anodizado crecidas sobre la aleación de aluminio 2024-T3. El electrolito usado en este trabajo es una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 15% v/v a temperatura ambiente y agitada durante el proceso a 100 rpm . De acuerdo a los coeficientes de fricción obtenidos en este estudio, se concluyó que a medida que aumenta la densidad de corriente de la producción del anodizado aumenta también el valor de coeficiente de fricción, asimismo podemos afirmar que el menor valor de coeficiente de fricción se da para la muestra de aluminio 2024-T3 sin película de anodizado [8].

Con este trabajo se demostró que la película que tiene una mejor dureza es la película obtenida con una densidad de corriente de 20 mA/cm^2 con un valor de 705 HV en promedio, esta tiene un valor de dureza tres veces mayor que la dureza del Al 2024-T3 que fue de 193 HV en promedio, seguida de la película obtenida con densidad de corriente de 15 mA/cm^2 con un valor de dureza de 517 HV en promedio, además se pudo determinar que la película que menos dureza tiene es la obtenida con una densidad de corriente de 10 mA/cm^2 con un valor promedio de 325 HV . Según las medidas de perfilografía se evidencio que el valor más pequeño de rugosidad se obtiene para el sustrato ($0.1 \mu\text{m}$), en cuanto a los

anodizados los autores concluyeron que a medida que se aumentaba la densidad de corriente en la obtención de los anodizados disminuye el valor de rugosidad, para este caso se pudo afirmar que el mejor anodizado es el de 20 mA/cm^2 ($0.31 \mu\text{m}$) debido a que es el de menor valor de rugosidad aritmético, para el de 15 mA/cm^2 se obtuvo $0.38 \mu\text{m}$ y para el de 10 mA/cm^2 se obtuvo $0.52 \mu\text{m}$ [8].

MA Song-Jiang *et al* investigaron el proceso de oxidación por anodizado en la aleación de aluminio 2024-T3 en un electrolito de ácido bórico con la adición de ácido sulfosalicílico y fosfato. En este trabajo los autores evalúan la morfología de la superficie y sección transversal de la película de anodizado, miden la dureza y el espesor de las películas obtenidas, analizan la composición química del anodizado y examinan su estructura. Las muestras fueron anodizadas a un voltaje de 100 volts y se mantuvo constante hasta que finalizara el proceso de anodizado. El anodizado se llevo a cabo en una solución de 30 g/L de ácido bórico modificado con los aditivos de 2 g/L de ácido sulfosalicílico y 8 g/L de fosfato a temperatura ambiente (alrededor de 20°C) durante 10 minutos [9].

Los resultados de respuesta Corriente-Tiempo de la aleación de aluminio 2024 en diferentes mezclas de electrolitos a 50 volts y 20°C , mostraron los siguientes resultados:

- El anodizado en electrolito de ácido bórico (30 g/L) se presenta una densidad de corriente de 0.5 A/dm^2 y esta se mantiene constante.
- El comportamiento de anodizado en una mezcla de electrolitos de ácido bórico (30 g/L) y ácido sulfosalicílico (2 g/L) presento un comportamiento muy similar al obtenido con electrolito de solo ácido bórico.
- En el anodizado de la aleación de aluminio 2024 con mezcla de electrolitos de ácido bórico (30 g/L) y fosfato (8 g/L), la densidad de corriente alcanzo rápidamente 12 A/dm^2 cuando el voltaje de anodizado alcanzo los 50 volts. Con el aumento del tiempo de anodizado, la densidad de corriente solo declino un poco y cayó a 8 A/dm^2 después de 10 minutos de anodizado, lo cual es 15 veces mayor que la alcanzada con anodizado de ácido bórico o la mezcla de ácido bórico y ácido sulfosalicílico.
- El anodizado con electrolito de mezcla de ácido sulfosalicílico (2 g/L), ácido bórico (30 g/L) y fosfato (8 g/L), alcanzo una densidad de corriente de 10 A/dm^2 rápidamente cuando el voltaje de anodizado llego

a 50 volts, pero esta declino rápidamente y la densidad de corriente cayó hasta 2 A/dm² después de 10 minutos de anodizado.

La curva de respuesta Corriente-Tiempo del proceso de anodizado bajo diferentes voltajes en una mezcla de electrolitos de ácido bórico (30 g/L), ácido sulfosalicílico (2 g/L) y fosfato (8 g/L) a 20°C muestra que la corriente anódica tiene un valor máximo en todas las curvas, pero este valor máximo es diferente bajo diferentes voltajes de anodizado. Cuando el voltaje anódico alcanza su máximo, la densidad de corriente alcanza su valor pico rápidamente y subsecuentemente declina a un valor constante de aproximadamente 1-2 A/dm². Entre mayor sea el voltaje de la celda, mayor será el valor de pico de densidad de corriente que obtengamos [9].

El espesor de la película de anodizado obtenida por los autores sobre la aleación de aluminio 2024-T3 oscila entre 12 y 20 µm, dependiendo de las condiciones experimentales controladas. La dureza de la película anódica obtenida del electrolito de ácido bórico modificado con adición de ácido sulfosalicílico y fosfato alcanzó HV 420 y es comparable con las películas de anodizado duro (la dureza de la película anódica dura en aleación AA7075 es de HV 402-448). En la actualidad, la mayoría de las películas anódicas duras se obtienen a temperaturas bajas de anodizado, lo cual resulta en un costo alto. En este trabajo, la película anódica dura se obtuvo a temperatura ambiente, por lo que el costo se reduce ampliamente. Sin embargo, comparado con otras películas anódicas obtenidas en ácido bórico, la película anódica obtenida bajo estas condiciones es delgada y de tipo poroso [9].

Las pruebas de corrosión elaboradas indican que la película anódica obtenida de la mezcla de electrolitos desarrollada para este trabajo es más anti - corrosiva que la película anódica convencional. Por lo tanto, de acuerdo a los autores la presente técnica se considera un método de tratamiento de superficie nuevo, de bajo costo y altamente efectivo. Los resultados EDS superficiales muestran que los elementos presentes son C, O, Al, Si, S y P. El O y el Al son los elementos mayoritarios de la película, P, S y C se pudieron originar del electrolito, los cuales se integran dentro de la película anódica. El Si es un elemento aleante del sustrato y el Cu no se detectó, lo cual indica que la cantidad de Cu en la película anódica es mínimo e insignificante. El análisis DRX de la película de anodizado reveló que la estructura de la película en la aleación de aluminio 2024-T3 es no cristalina, lo cual es similar a la estructura de la película obtenida con ácido sulfúrico u otro tipo de electrolitos [9].

La morfología de la película anódica muestra una superficie porosa, la cual es similar a la obtenida con electrolitos de ácido sulfúrico o ácido oxálico.

El tamaño de poros es de solamente 20nm, mientras la porosidad es de $500\mu\text{m}^{-2}$. En la micrografía de sección transversal se observó que la película es porosa y los canales de los poros son huecos, pero no son perpendiculares al sustrato. Comparada con la película convencional obtenida en ácido sulfúrico que presenta pared de poros continua, en este caso la pared de poros es no continua, lo cual pareciera estar compuesta por muchos granos esféricos pequeños. Esta estructura tipo porosa especial puede resultar de la composición especial de la mezcla de electrolitos y del proceso de anodizado que los autores desarrollaron [9].

Al observar toda la información recopilada en la presente revisión bibliográfica, los trabajos aquí presentados representan tan solo una pequeña parte de la gran cantidad de información que se puede obtener mediante trabajos de investigación desarrollados únicamente para procesos de anodizados de aluminio, ya que las variables de los procesos de anodizados son muchas y el modificar solamente una variable conllevará a obtener resultados distintos en cada experimentación. La información obtenida muestra que las investigaciones desarrolladas sobre aluminio 2024-T3 sometidas a procesos de anodizado con mezclas de electrolitos se enfocan principalmente en evaluar la influencia de la densidad de corriente, comportamiento electroquímico, resistencia a la corrosión y morfología de las películas de anodizado, solo en algunos casos se evaluaron propiedades mecánicas y propiedades adhesivas.

En el caso particular de anodizados de aleaciones de aluminio 2024-T3 con electrolito de ácido sulfúrico – bórico, la poca información observada fue referente al análisis de la influencia de la densidad de corriente, comportamiento electroquímico y resistencia a la corrosión. Debido a esto se detectó la necesidad de generar investigaciones que proporcionen información sobre la evaluación de la morfología y propiedades mecánicas que presentan los anodizados de aleaciones de aluminio 2024-T3 con electrolito de ácido sulfúrico - bórico y el efecto de adicionar diferentes cantidades de ácido bórico, ya que en la información observada de trabajos ya realizados se aplican condiciones de procesos de anodizado muy limitadas, con concentraciones electrolíticas de 4.5 y 5 % en peso de ácido sulfúrico con adiciones de ácido bórico menores al 1% en peso y solo en un caso se utiliza una adición de concentración única de 5% en peso de ácido bórico.

Las condiciones de temperatura para todos los casos observados fueron de 27 a 26 °C, con voltajes de anodizado constantes de 15 volts y tiempos cortos de 20 minutos. De acuerdo a esta información se observa la necesidad de investigar procesos con condiciones de anodizado más variables que puedan proporcionar información más amplia de los

beneficios que estos pudieran presentar a los anodizados de la aleación de aluminio 2024-T3 con electrolito de ácido sulfúrico-bórico [4] [5]. En la revisión de información sobre este tipo de anodizado, se pueden observar algunas de las problemáticas que presenta el anodizado de la aleación de aluminio 2024-T3 con combinación de ácidos sulfúrico-bórico y con otros tipos de electrolitos en general, estas problemáticas se enlistan a continuación:

- Aleaciones con contenido de cobre, tales como las de la serie 2000, forman una película de óxido delgada y de menor durabilidad que las piezas de aluminio de alta pureza [2].
- Al inicio del proceso de anodizado, se genera una demanda alta de corriente inicial limitada por la corriente máxima permitida por la fuente de poder, esto se presenta debido a la formación de la barrera inicial de óxido generada sobre la superficie del metal [4].
- No se ha proporcionado evidencia alguna de que la adición de ácido bórico al electrolito de ácido sulfúrico-bórico en anodizados de aluminio 2024-T3, produjera efecto alguno en la respuesta corriente – tiempo durante el proceso de anodizado [4].
- Los estudios sobre el efecto que presenta la adición de ácido bórico en el proceso de anodizado de la aleación de aluminio 2024-T3 con mezcla de electrolitos de ácido sulfúrico – bórico, no proporcionaron evidencia alguna de que la adición del ácido bórico incrementara la resistencia a la corrosión de las piezas anodizadas con este proceso [4].
- Resultados obtenidos en pruebas de esfuerzos cortantes máximos en las uniones de juntas anodizadas muestran que anodizados con proceso de ácido sulfúrico-bórico presentan valores mucho menores los obtenidos con ácido fosfórico o crómico, indicando que este proceso no es adecuado para uniones estructurales [5].
- El análisis de morfología de superficie de cierto trabajo de investigación de la aleación de aluminio 2024-T3 anodizado con electrolito de ácido sulfúrico-bórico se observa la presencia de regiones iluminadas con distribución relativamente uniforme, estas zonas están asociadas con material de segunda fase que probablemente se deban a partículas intermetálicas de CuAl_2 [6].
- Durante el proceso de anodizado de las aleaciones de aluminio 2024-T3, existe una generación abundante de gas, asociada con la evolución de oxígeno, y se puede apreciar visualmente en el baño electrolítico. Esta

producción de oxígeno esta probablemente asociada con la presencia de segundas fases de CuAl_2 presentes en la aleación [6].

- Los defectos en la película de anodizado pueden limitar seriamente la protección que ofrece a la aleación. Para las aleaciones de la serie 2000 las segundas fases ricas en cobre afectan negativamente la morfología e integridad de la película, especialmente debido a la generación de grandes picaduras o huecos en la película [11].
- En algunos casos el proceso de anodizado puede resultar menos económico debido a la generación electroquímica de volúmenes significantes de oxígeno en las regiones ricas en cobre de la aleación [11].
- El anodizado de la aleación de aluminio 2024-T3 con electrolito de ácido sulfúrico genera una cantidad considerable de picaduras de oxidación sobre la superficie del metal, debido a la presencia de precipitados intermetálicos de CuAl_2 [11].

Debido a estas y algunas otras problemáticas observadas en la información analizada y a la gran variedad de condiciones de procesos de anodizados que aun no han sido investigadas, se detecta la necesidad de proponer procesos de anodizado para la aleación de aluminio 2024-T3 con mezcla de electrolitos de ácido sulfúrico - bórico con condiciones de proceso diferentes a los ya investigados y con adiciones de ácido bórico más variables, con lo cual podemos generar una mayor información sobre la influencia de la adición de ácido bórico en el electrolito de anodizado de ácido sulfúrico - bórico, con variaciones de temperatura y voltaje.

5.2 Hipótesis.

La adición de ácido bórico al baño electrolítico de ácido sulfúrico, permitirá inhibir o disminuir considerablemente los problemas morfológicos que se presentan en los procesos de anodizado con electrolito de ácido sulfúrico de la aleación de aluminio 2024-T3, debidos al alto contenido de cobre que presentan las aleaciones de aluminio de la serie 2000, y eliminar los problemas de salud que presenta el anodizado con electrolito de ácido crómico para esta misma aleación. Esto sin sacrificar las excelentes propiedades mecánicas, de adhesión y de comportamiento contra la corrosión – abrasión que presentan los anodizados con ácido sulfúrico y crómico.

5.3 Objetivo Principal.

Desarrollar un proceso de anodizado con electrolito en base a combinación de ácidos sulfúrico – bórico que nos permita eliminar los problemas que presenta la película de anodizado depositada sobre el aluminio 2024-T3 debido a la presencia de los elementos aleantes, principalmente el cobre. Esto se debe lograr igualando y/o mejorando las propiedades mecánicas, de adhesión y comportamiento contra la corrosión – abrasión de los procesos de anodizado ya existentes.

5.4 Objetivos Particulares.

Evaluar la influencia de la adición de ácido bórico al electrolito de combinación de ácidos sulfúrico – bórico de anodizado, en el crecimiento del espesor de película de anodizado.

Analizar cómo afecta la adición de ácido bórico al electrolito de anodizado, la morfología superficial de la película de anodizado depositada sobre la superficie de la aleación de aluminio 2024-T3.

Definir cómo se desarrolla el mecanismo de picaduras de oxidación que se presenta en la superficie del aluminio 2024-T3 durante el proceso de anodizado y evaluar si la adición de ácido bórico al baño electrolítico de anodizado disminuye este proceso.

Analizar y determinar la composición elemental de las piezas de aluminio 2024-T3, antes y después del proceso de anodizado para verificar que este sea satisfactorio en cada una de las piezas sometidas al proceso.

Evaluar las propiedades de microdureza, nanodureza, módulo de elasticidad, rugosidad media y respuesta corriente – tiempo de la película de anodizado depositada en cada una de las piezas de aleación de aluminio 2024-T3 anodizadas.

Analizar la morfología presentada por los poros de anodizados presentes en la película depositada sobre el aluminio 2024-T3 y definir si afectan las propiedades de dicha película y de que forma lo hacen.

Mejorar el desempeño de la aleación de aluminio 2024-T3 por medio del depósito de una película de anodizado en la superficie de la misma, incrementando sus propiedades mecánicas.

Identificar bajo cuál de las condiciones experimentales definidas se presenta mayor homogeneidad en la formación de la película de anodizado sobre la aleación de aluminio 2024.

Definir bajo cuál de las condiciones experimentales definidas se presentaron las mejores propiedades mecánicas de la película de anodizado depositada sobre la aleación de aluminio 2024.

VI. MATERIALES Y METODOS.

El método experimental está basado en el principio básico de una celda electrolítica, la cual está conformada principalmente por un cátodo, un ánodo, una fuente de voltaje y un medio electrolítico, como se muestra en la **figura 2**.

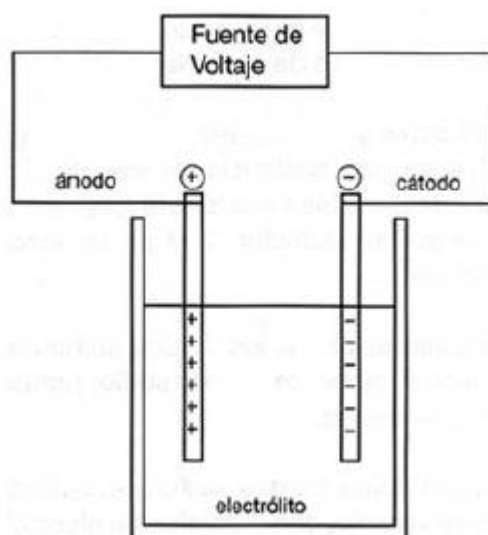


Figura 2. Representación grafica de una celda electrolítica.

Las celdas electrolíticas son utilizadas para producir reacciones de oxidación – reducción no espontáneas al proporcionarles energía en forma de corriente eléctrica desde una fuente de voltaje externa. En la celda electrolítica la electricidad en forma de corriente eléctrica pasa a través del electrolito y la energía eléctrica es convertida en energía química, la cual produce reacciones de reducción en el cátodo y de oxidación en el ánodo.

Los materiales utilizados en este proyecto para la construcción de la celda electrolítica fueron seleccionados en base a su rápida disposición y buena capacidad para cumplir con los objetivos experimentales de este trabajo.

6.1 Diseño y construcción de la celda electrolítica.

Algunos de los componentes de la celda electrolítica como los soportes universales, pinzas de tres dedos, varillas de conducción – sujeción, tuercas de conducción – sujeción y base para vaso de precipitado, fueron diseñados y construidos específicamente para llevar a cabo este proyecto de investigación.

6.1.1 Soportes universales.

Los soportes universales se utilizaron para sujetar por medio de tuercas de sujeción y pinzas de tres dedos las varillas de conducción – sujeción, y ajustar la posición vertical del cátodo y el ánodo en la celda electrolítica. El soporte consta de una base de 215 X 130 X 15 mm de acero y una varilla vertical a la base de 570 mm de altura de acero inoxidable.

6.1.2 Pinzas de tres dedos.

La función de las pinzas de tres dedos fue sujetar la varilla de conducción – sujeción y ajustar la posición horizontal y vertical del cátodo y el ánodo con el apoyo de tuercas de sujeción. Las pinzas se fabricaron de aluminio puro o comercial y su longitud máxima es de 180 mm.

6.1.3 Varillas de conducción – sujeción.

Las varillas de conducción – sujeción tiene como principal función permitir el paso de la corriente eléctrica proveniente de la fuente de voltaje hasta el cátodo y el ánodo, razón por la cual el material de las varillas es aluminio puro o comercial. Su otra función es la correcta sujeción y permitir un buen contacto eléctrico con el material del cátodo y el ánodo. El diámetro de la varilla es de 6.35 mm con longitud vertical de 180 mm y horizontal de 20 mm, roscado a $\frac{1}{4}$ NC 20 por 15 mm sobre la horizontal.

6.1.4 Tuercas de conducción – sujeción.

Las tuercas de conducción – sujeción se fabricaron de aluminio puro o comercial para cumplir satisfactoriamente con la función de conducción de corriente eléctrica desde la varilla de conducción – sujeción hacia el cátodo y el ánodo, además de permitir una correcta sujeción y un buen contacto eléctrico. Las tuercas son hexagonales de 12.7 mm de diámetro, con un barreno de 5.1 mm con machuelo de $\frac{1}{4}$ NC 20 y 5mm de largo.

6.1.5 Base para Vaso de Precipitado.

La base para vaso de precipitado tiene como función asegurar la posición del vaso de precipitado de 2000 ml. Se fabricó de acero inoxidable con una base cuadrada de 160 X 160 mm y altura de 50 mm. El soporte circular donde descansa el vaso de precipitado tiene un diámetro de 128 mm y altura de 40 mm.

Otros componentes de la celda electrolítica tales como conexiones eléctricas, termómetro, vaso de precipitado, tuercas de sujeción, depósito de enfriamiento y fuente de voltaje, fueron obtenidos de los ya existentes en el centro de investigación donde se desarrollo este trabajo de tesis.

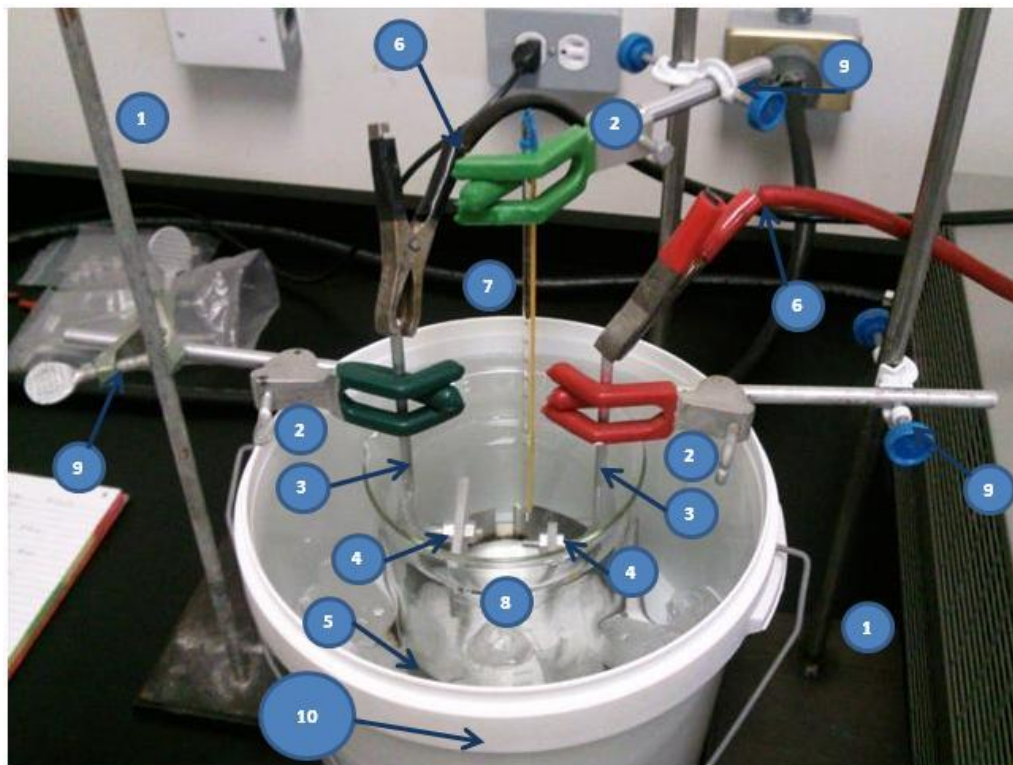


Figura 3. Imagen de celda electrolítica de anodizado utilizada en este proyecto de tesis.

En la **figura 3** se muestra la celda electrolítica utilizada para realizar los anodizados sobre las muestras de aluminio 2024, encontrándose numerados cada uno de sus componentes y los cuales se enlistan en la siguiente tabla:

Identificación	Componente.
1	Soportes universales.
2	Pinzas de tres dedos.
3	Varillas de conducción – sujeción.
4	Tuercas de conducción – sujeción.
5	Base para vaso de precipitado.
6	Conexiones eléctricas.
7	Termómetro.
8	Vaso de precipitado.
9	Tuerca de sujeción.
10	Deposito de enfriamiento.

6.2 Preparación de muestras.

La preparación previa al proceso de anodizado que se realizó a las muestras de aluminio 2024 se describe en los siguientes puntos:

6.2.1 Corte de placas de Aluminio 2024-T3:

En primer instancia el aluminio 2024-T3 se obtuvo en forma de barra extruida con medidas de 25.4 X 31.75 X 609.6 mm. De esta barra se obtuvieron placas del mismo aluminio con medidas de 25.4 X 31.75 X 5 mm cada placa. El corte se realizó utilizando una cortadora de disco abrasivo con gabinete STRUERS – EXOTOM.

6.2.2 Barrenado de placa de Aluminio 2024-T3:

Las placas de aluminio 2024-T3 que fueron utilizadas como muestras fueron barrenadas con el objetivo de poder introducir en ellas la varilla de conducción – sujeción y con esto lograr un control óptimo de estas al realizar la experimentación en la celda electrolítica. El diámetro del barreno en cada placa fue de 6.35 mm y se realizó mediante un maquinado con fresadora.

6.2.3 Preparación superficial:

La preparación superficial de las placas de aluminio 2024-T3 se realizó mediante el método tradicional de preparación metalográfica, las muestras se desbastaron utilizando lijas de carburo de silicio llegando hasta la lija número 600 en las superficies de exposición, el equipo utilizado fue una pulidora desbastadora de velocidad variable BUEHLER – ECOMET 6.

Posterior a la preparación metalográfica las muestras fueron enjuagadas con acetona y agua destilada, para finalmente depositarlas en un contenedor hermético hasta el momento de desarrollar la experimentación.

6.3 Experimentación (Proceso de Anodizado).

Como ya se ha comentado en este texto, la experimentación fue basada en el principio de una celda electrolítica, siendo indispensable la presencia de un cátodo y un ánodo para cumplir con este mismo. En los siguientes puntos se presentan las características definidas para cátodo – ánodo y las condiciones experimentales desarrolladas en este trabajo de tesis.

6.3.1 Características Cátodo – Ánodo:

El material que se utilizó como cátodo dentro de la celda electrolítica de experimentación fue una placa de aleación de aluminio 6061, sobre este material se presenta las reacciones químicas de reducción. El principal elemento aleante del aluminio 6061 es el magnesio, seguido por el cobre en menor proporción y otros elementos aleantes en cantidades mínimas. Las dimensiones de la placa utilizada como cátodo fueron 63.5 X 63.5 X 5 mm.

La aleación de aluminio 2024-T3 utilizada como muestra forma parte de la celda electrolítica en forma de ánodo, con esto aseguramos que las reacciones químicas de oxidación se presenten sobre la muestra y así se obtiene el óxido anódico en la superficie de la misma. El principal elemento aleante del aluminio 2024-T3 es el cobre, seguido por el magnesio en menor proporción y otros elementos en cantidades menores. Las dimensiones de las muestras de aluminio 2024-T3 fueron 25.4 X 31.75 X 5 mm.

6.3.2 Condiciones de experimentación:

La experimentación se realizó con una solución electrolítica basada en una combinación de ácido sulfúrico–bórico, bajo diferentes temperaturas de baño electrolítico y voltajes de anodizado. El tiempo de anodizado fue el mismo para todas las muestras.

En total se desarrollaron 27 anodizados, cada uno con variación en alguna de las condiciones de anodizado, en la **tabla 2** se presentan las diferentes condiciones de proceso de anodizado para cada una de las muestras desarrolladas.

Tabla 2. Condiciones experimentales de procesos de anodizado desarrollados.**Solución: Acido Sulfúrico – Bórico.**

Muestra	Concentración de Baño Electrolítico	Temp.	Voltaje	Tiempo
A01	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	10°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A02	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	10°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A03	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	10°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A04	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	15°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A05	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	15°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A06	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	15°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A07	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	20°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A08	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	20°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A09	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 1% en peso.	20°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A10	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	10°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A11	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	10°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A12	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	10°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A13	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	15°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A14	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	15°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A15	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	15°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A16	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	20°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A17	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	20°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A18	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 2% en peso.	20°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A19	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	10°C.	15 ± 1 V.	40 min.

Muestra	Concentración de Baño Electrolítico	Temp.	Voltaje	Tiempo
A20	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	10°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A21	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	10°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A22	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	15°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A23	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	15°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A24	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	15°C.	25 ± 1 V.	40 min.
A25	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	20°C.	15 ± 1 V.	40 min.
A26	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	20°C.	20 ± 1 V.	40 min.
A27	H ₂ SO ₄ – 5% en peso. H ₃ BO ₃ – 3% en peso.	20°C.	25 ± 1 V.	40 min.

La solución de baño electrolítico estuvo basada en una concentración de ácido sulfúrico al 5% en peso de la solución total, esta concentración de ácido sulfúrico fue la misma para las 27 muestras de aluminio 2024 que se anodizaron. La concentración correspondiente de ácido bórico fue variable para evaluar como esta variación modifica la morfología y propiedades de la película de anodizado. La variación en la concentración de ácido bórico fue de 1, 2 y 3% en peso de la solución total, obteniendo con esto nueve muestras anodizadas con 1% en peso de ácido bórico, nueve muestras anodizadas con 2% en peso de ácido bórico y nueve muestras anodizadas con 3% de ácido bórico.

La condición de temperatura del baño electrolítico para cada tipo de concentración fue variable, esto es, cada solución electrolítica se evaluó a tres temperaturas diferentes con la finalidad de evaluar como la variación de temperatura modifica la morfología y las propiedades de la película de anodizado depositada sobre la aleación de aluminio 2024. Las temperaturas a las cuales se realizaron los anodizados fueron 10, 15 y 20 °C, obteniendo con esto nueve muestras anodizadas a 10°C, nueve muestras anodizadas a 15 °C y nueve muestras anodizadas a 20 °C.

La condicionante de voltaje de anodizado fue variable con valores de 15, 20 y 25 volts, los cuales se evaluaron en las tres condiciones de temperatura diferente para cada tipo de concentración, esto con la finalidad de evaluar como la variación de voltaje modifica la morfología y

las propiedades de la película de anodizado depositada sobre el aluminio 2024. De esta forma se obtuvieron nueve muestras anodizadas a 15 volts, nueve muestras anodizadas a 20 volts y nueve muestras anodizadas a 25 volts.

Las características de la fuente de poder utilizada para alimentar de voltaje la celda electrolítica son las siguientes:

- Sistema de Fuente de Alimentación DC
Agilent 6683A
0 – 32 V / 0 – 160 A

El tiempo de anodizado fue el mismo para cada una de las 27 muestras desarrolladas durante la experimentación, quedando este tiempo definido en 40 minutos.

6.4 Caracterización.

Se llevaron a cabo diferentes técnicas de caracterización de la película de anodizado depositada sobre las muestras de aluminio 2024, con estas técnicas se evaluaron las diferentes características que presentan las muestras de aluminio anodizado, con la finalidad de determinar de qué manera influyen en el anodizado de aluminio las variaciones de las condiciones de anodizado y de esta manera realizar una comparativa entre las mismas.

6.4.1 Análisis de espesor de película de anodizado.

El análisis del espesor de la película de anodizado se llevó a cabo realizando un corte transversal a las placas de aluminio anodizado utilizando una cortadora de baja velocidad de disco diamantado LECO VC-50, obteniendo placas más pequeñas, las cuales posteriormente fueron embriquetadas utilizando baquelita en una prensa electrohidráulica LECO PR-25.

Con el proceso de embriquetado quedo visible únicamente la cara transversal de la muestra de aluminio anodizado la cual fue preparada mediante el proceso tradicional de preparación metalográfica utilizando una pulidora desbastadora de velocidad variable BUEHLER – ECOMET 6, desbastando hasta llegar a lija numero 1200 y puliendo con alúmina de 1 y 0.3 μm .

Después de la preparación metalográfica de la cara transversal de las muestras de aluminio anodizado, estas se observaron en el microscopio óptico de platina invertida OLIMPUS PMG-3. En el proceso de observación de las muestras en el microscopio óptico, al mismo tiempo fueron capturadas diez imágenes del espesor de anodizado por cada muestra con una magnificación de 1000x, de estas imágenes se tomaron cinco mediciones de espesor de película de anodizado utilizando el software de análisis de imágenes IMAGE PRO PLUS 6.0. Con esto se obtuvo un valor promedio de espesor de película de anodizado por cada muestra.

6.4.2 Análisis de morfología superficial.

El análisis superficial de las muestras de aluminio anodizado consistió en observar la morfología de la película de anodizado en su superficie, para realizar esta observación las muestras no requiere una preparación especial. Este análisis se realizó en tres etapas, cada una de estas etapas se desarrolló utilizando diferente equipo de análisis, buscando obtener una información completa sobre la morfología que presentan las superficies de película de anodizado.

En la primer etapa de este análisis se utilizó el microscopio óptico de platina invertida OLIMPUS PMG-3, con el cual se obtuvieron, mediante el software de análisis de imágenes IMAGE PRO PLUS 6.0, un total de diez imágenes por cada muestra a diferentes magnificaciones de 50x, 100x, 200x, 500x y 1000x.

En una segunda etapa de este análisis se recurrió al microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 5800-LV, de igual manera se obtuvieron imágenes de la superficie de la película de anodizado de cada una de las muestras, las imágenes fueron tomadas a diferentes magnificaciones y con mucho mayor aumento a las obtenidas por microscopía óptica. Este segundo análisis superficial nos permitió observar una morfología de película de anodizado más clara y específica.

Finalmente en la tercera etapa de este análisis, se pretende explicar el mecanismo de generación de picaduras de oxidación observadas durante las primeras dos etapas de este punto, para lo cual se utilizaron imágenes de la superficie de la película de anodizado obtenidas con microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y se desarrolló un análisis elemental con la técnica de espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS).

6.4.3 Análisis de picaduras de oxidación (pitting).

El análisis de picaduras de oxidación que presentan las muestras de aluminio, se pudo realizar sobre la superficie anodizada debido a que la película de oxido obtenida es transparente, la preparación de las muestras para este análisis consistió solamente en realizar un enjuague de las mismas con agua destilada y acetona.

Posteriormente se observaron en el microscopio óptico de platina invertida OLIMPUS PMG-3, capturando al mismo tiempo diez imágenes con amplificación de 500x por cada muestra, de estas imágenes se tomaron mediciones del área de la superficie anodizada que presenta picaduras de oxidación utilizando el software de análisis de imágenes IMAGE PRO PLUS 6.0.

Con las mediciones realizadas se pudo obtener información de la cantidad, densidad de área y porcentaje de área que involucra las picaduras de oxidación, estas picaduras están presentes sobre la superficie del aluminio de cada una de las muestras anodizadas, más específicamente en la interface metal/ película.

6.4.4 Análisis de composición elemental.

El análisis de composición elemental de las muestras de aluminio anodizado se realizó sobre la superficie de la película de anodizado crecida sobre la superficie de aluminio para conocer su composición elemental. A causa de esto no se requirió una preparación de muestra específica ya que solo fue necesario eliminar suciedad de la superficie por medio de ultrasonido y enjuague de la muestra.

El análisis se realizó utilizando el microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 5800-LV equipado con un sistema de microanálisis marca EDAX modelo DX de espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS) PRIME para análisis elemental por EDS. Este análisis se realizó en cada una de las muestras, por cada muestra se realizaron varios análisis en diferentes zonas de la superficie de la película de anodizado, bajo distintas magnificaciones y con diferentes tipos de análisis como lo son análisis en una zona general, en un área específica y en una zona puntual.

6.4.5 Análisis por difracción de rayos X.

El análisis por difracción de rayos X se realizó sobre la superficie de la película de anodizado crecida sobre la superficie de aluminio para conocer su estructura cristalina. A causa de esto no se requirió una preparación de muestra específica ya que solo fue necesario eliminar suciedad de la superficie por medio de ultrasonido y enjuague de la muestra.

El análisis se realizó utilizando la técnica de caracterización de difracción de rayos X (DRX) mediante el difractómetro de rayos X PANALYTICAL X'PERT PRO. Este análisis solamente se realizó a tres muestras anodizadas a diferentes concentraciones de baño electrolítico, debido a que la finalidad fue únicamente corroborar la estructura cristalina presentada en la bibliografía investigada de películas de anodizado. Los parámetros de análisis fueron los siguientes:

- Voltaje: 40 kV.
- Corriente: 35 mA.
- Angulo inicial: 15°.
- Angulo final: 140°.
- Paso: 0.050.
- Tiempo por paso: 20 seg.
- Modo de escaneo: Haz rasante.

6.4.6 Análisis de microdureza knoop (HK).

El análisis de microdureza se llevó a cabo realizando un corte transversal a las placas de aluminio anodizado, utilizando una cortadora de baja velocidad de disco diamantado LECO VC-50, obteniendo placas más pequeñas, las cuales posteriormente fueron embriquetadas en baquelita en una prensa electrohidráulica LECO PR-25.

Con el proceso de embriquetado quedo visible únicamente la cara transversal de la muestra de aluminio anodizado la cual fue preparada mediante el proceso tradicional de preparación metalográfica utilizando una pulidora desbastadora de velocidad variable BUEHLER - ECOMET 6, desbastando hasta llegar a lija numero 1200 y puliendo con alúmina de 1 y 0.3 μm .

El análisis se realizó utilizando un microdurómetro CLEMEX MMT-X7 bajo los siguientes parámetros de operación:

- Tipo de medición: Microdureza Knoop.
- Carga: 5 gr.
- Tiempo: 10 seg.

Se analizaron todas las muestras de aluminio anodizado, para cada muestra se tomaron diez mediciones en la zona transversal de la película de anodizado y diez mediciones en el aluminio 2024, con las mediciones tomadas se obtuvo un valor de microdureza promedio para cada una de las zonas mencionadas por cada muestra.

6.4.7 Análisis de nanodureza.

El análisis de nanodureza se realizó sobre la superficie de la película de anodizado depositada sobre la muestra de aluminio, las muestras no requirieron de una preparación específica ya que solamente fue necesario remover la suciedad de la superficie por medio de ultrasonido y enjuague a base de agua destilada y acetona.

El equipo utilizado para llevar a cabo este análisis fue un nanoindentador AGILENT TECHNOLOGIES G200 mediante el método de medición por ciclos, el equipo fue operado bajo los siguientes parámetros:

- Carga máxima: 10 mN.
- Tiempo de carga: 10 seg.
- Numero de cargas: 10.
- Tiempo de espera: 5 seg.
- Coeficiente de poisson: 0.2

En este análisis se evaluaron nueve muestras significativas de aluminio anodizado, con las cuales se pretendió observar el efecto que presenta sobre los valores de nanodureza, la variación de parámetros de anodizado, tales como concentración electrolítica, temperatura de baño de anodizado y voltaje de anodizado.

6.4.8 Análisis de modulo de elasticidad.

El análisis de modulo de elasticidad se realizó sobre la superficie de la película de anodizado depositada sobre la muestra de aluminio, las muestras no requirieron de una preparación específica ya que solamente fue necesario remover la suciedad de la superficie por medio de ultrasonido y enjuague a base de agua destilada y acetona.

El equipo utilizado para llevar a cabo las mediciones del modulo de elasticidad fue un nanoidentador AGILENT TECHNOLOGIES G200 mediante el método de medición por ciclos, el equipo fue operado bajo los siguientes parámetros:

- Carga máxima: 10 mN.
- Tiempo de carga: 10 seg.
- Numero de cargas: 10.
- Tiempo de espera: 5 seg.
- Coeficiente de poisson: 0.2.

En este análisis se evaluaron nueve muestras significativas de aluminio anodizado, con las cuales se pretendió observar el efecto que presenta en los valores de modulo de elasticidad la variación de parámetros de anodizado, tales como concentración electrolítica, temperatura de baño de anodizado y voltaje de anodizado.

6.4.9 Análisis de rugosidad media.

El análisis de rugosidad se realizo sobre la superficie de película de anodizado depositada en las placas de aluminio y consistió en evaluar cómo se afectaba la rugosidad de la superficie de la película de anodizado con respecto a la superficie de aluminio sin anodizar. Las muestras no requirieron de una preparación específica ya que solamente fue necesario remover la suciedad de la superficie por medio de ultrasonido y enjuague a base de agua destilada y acetona.

De igual manera en este análisis se obtuvieron imágenes de la morfología de superficie de la película de anodizado de forma más detallada y de una calidad considerablemente buena. El equipo utilizado para realizar este análisis de rugosidad fue un microscopio de fuerza atómica VEECO SPM MULTIMODE, el cual fue operado bajo los siguientes parámetros:

- Modo de escaneo: Tapping.
- Punta: 225 μm .
- Profundidad de escaneo: 1 μm .
- Área de escaneo: 13 X 13 μm .

El análisis de rugosidad se realizo en todas las muestras anodizadas, tomando tres medidas de rugosidad por muestra y obteniendo el valor promedio de estas mediciones.

6.4.10 Análisis de poros de anodizado.

El análisis de poros de anodizado se llevo a cabo sobre la superficie de la película de anodizado depositada sobre las muestras de aluminio, el revelado de poros se obtuvo al sumergir las muestras de aluminio anodizado en una solución de 5% en peso de ácido fosfórico, durante un tiempo de tres minutos y a una temperatura de 30°C. Después de este tratamiento, las muestras fueron enjuagadas en agua destilada y acetona.

Posteriormente las muestras fueron evaluadas en un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo JSM-7401 F, con el cual se obtuvieron imágenes de la morfología de los poros de anodizado formados en la película de anodizado.

Para este caso se obtuvieron imágenes de nueve muestras las cuales se analizaron utilizando el software de análisis de imágenes IMAGE PRO PLUS 6.0, con el cual se realizaron mediciones del diámetro que presentan los poros de anodizado, las muestras fueron seleccionadas de tal forma que se pudiera observar la influencia que presenta sobre la película de anodizado la modificación de los parámetros de anodizado tales como la variación de concentración de la solución electrolítica, la temperatura del baño de anodizado y la variación del voltaje de anodizado.

6.4.11 Análisis de respuesta corriente – tiempo.

El análisis de respuesta corriente – tiempo se realizó durante el anodizado de las muestras de aluminio, tomando lecturas de la demanda de corriente de la celda electrolítica durante varias etapas del anodizado, durante los 40 minutos de duración del proceso de anodizado.

El equipo utilizado para este proceso es un sistema de fuente de alimentación DC AGILENT 6683A, las lecturas fueron tomadas en el total de muestras anodizadas.

VII. RESULTADOS Y DISCUSION.

En el presente capitulo se mostrarán los resultados obtenidos de cada uno de los procesos de caracterización realizados a las muestras de aluminio 2024 anodizado bajo diferentes parámetros, como se ha venido comentando durante la presente tesis.

Los resultados son presentados en forma de imágenes, tablas y graficas, con la finalidad de facilitar la visualización y entendimiento de los mismos, de esta manera se pretende realizar una discusión de resultados puntual y definir conclusiones precisas.

7.1 Análisis de espesor de película de anodizado.

Los resultados obtenidos del crecimiento de la película de oxido de aluminio sobre la superficie de aluminio 2024, denominado espesor de película de anodizado, se muestran en la **tabla 3**. En esta tabla se observa la identificación de las muestras, los parámetros principales bajo los cuales se realizó el proceso de anodizado para cada una de las muestras y el espesor de película de anodizado obtenido bajo cada parámetro establecido.

Tabla 3. Resultados de espesores y parámetros de anodizado de muestras analizadas.

Muestra	Parámetros de Anodizado			Espesor Anodizado (μm)
	H ₃ BO ₃ (% peso)	Temperatura (°C)	Voltaje (V)	
A01	1	10	15	1.412
A02	1	10	20	2.009
A03	1	10	25	2.560
A04	1	15	15	1.778
A05	1	15	20	2.699
A06	1	15	25	4.501
A07	1	20	15	2.595
A08	1	20	20	3.782
A09	1	20	25	5.948
A10	2	10	15	1.276
A11	2	10	20	1.802
A12	2	10	25	2.629
A13	2	15	15	1.770
A14	2	15	20	2.575
A15	2	15	25	4.288

A16	2	20	15	2.610
A17	2	20	20	3.347
A18	2	20	25	4.625
A19	3	10	15	1.554
A20	3	10	20	2.167
A21	3	10	25	2.843
A22	3	15	15	2.212
A23	3	15	20	3.117
A24	3	15	25	3.247
A25	3	20	15	2.718
A26	3	20	20	3.771
A27	3	20	25	4.175

Las **figuras 4, 5 y 6** obtenidas con microscopio óptico, muestran la película de oxido crecida sobre el sustrato de aluminio 2024. La **figura 4** corresponde a las imágenes de las muestras anodizadas a 1% en peso de ácido bórico, temperatura de 15°C y voltajes para la imagen a) de 20 volts y b) de 25 volts. En este par de muestras se puede analizar visualmente como influye la variación de voltaje en el crecimiento de la película de oxido, observando que para un voltaje de anodizado mayor se obtiene un crecimiento de película de oxido mayor.

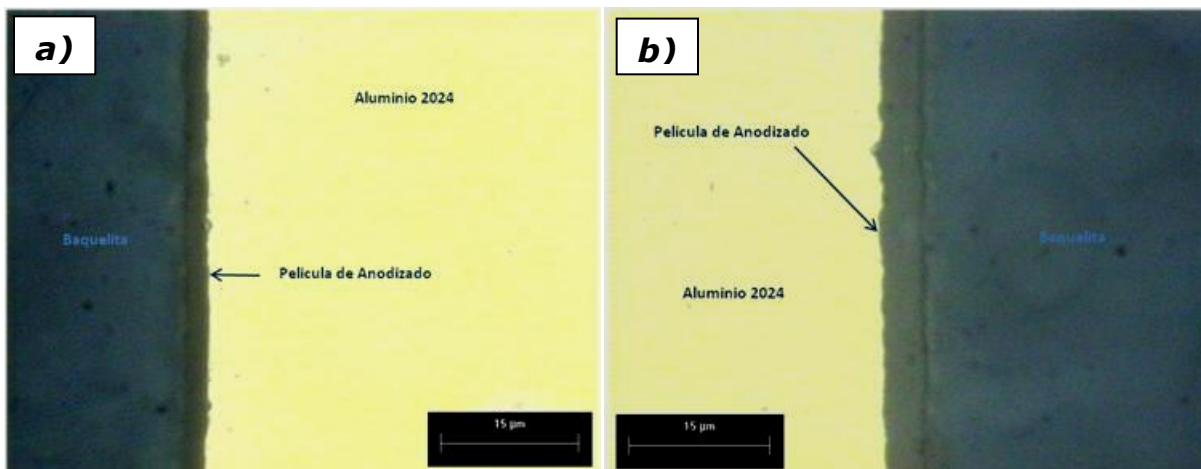


Figura 4. Imágenes por microscopio óptico de películas de oxido de muestras anodizadas a 1% en peso de H_3BO_3 , 15°C y a) 20 volts, b) 25 volts.

La **figura 5** muestra las imágenes de las muestras anodizadas a 1% en peso de ácido bórico, voltaje de 25 volts y temperaturas para la imagen a) de 15°C y b) de 20°C. En las imágenes se puede analizar visualmente la influencia de la temperatura en el crecimiento de la película de oxido, se aprecia que cuando la temperatura de anodizado es mayor obtenemos un crecimiento de película de oxido mayor.

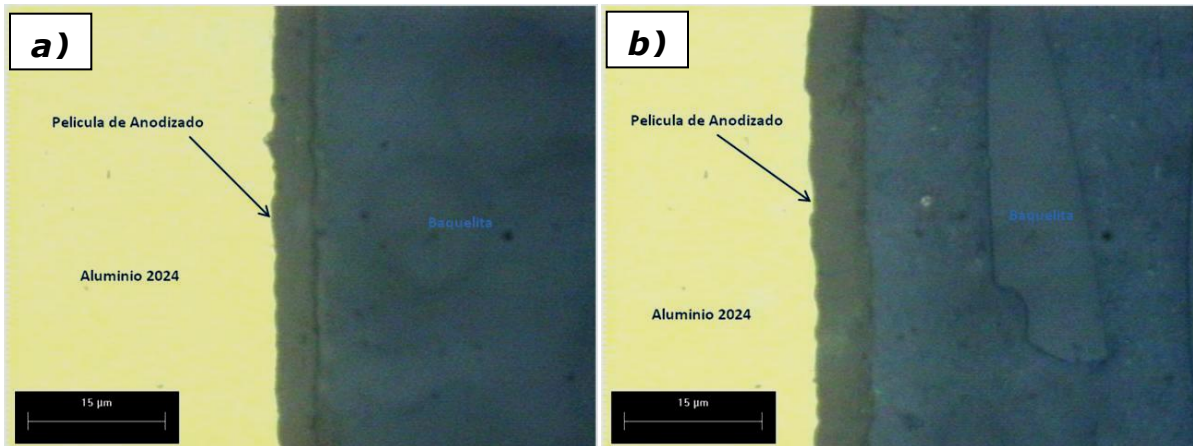


Figura 5. Imágenes por microscopio óptico de películas de oxido de muestras anodizadas a 1% en peso de H_3BO_3 , 25 volts y a) 15°C, b) 20°C.

Las muestras anodizada a una temperatura de 15°C, 20 volts y concentraciones electrolíticas para la imagen a) de 2% en peso de ácido bórico y b) de 3% en peso de ácido bórico se observan en la **figura 6**. Realizando un análisis visual de las imágenes se puede observar la influencia de la variación de la concentración electrolítica en el proceso de anodizado, obteniendo un crecimiento mayor de película de oxido al modificar de 2 a 3% en peso de ácido bórico la concentración del baño electrolítico de anodizado.



Figura 6. Imagen por microscopio óptico de películas de oxido de muestras anodizadas a 15°C, 20 volts y a) 2% en peso de H_3BO_3 , b) 3% en peso de H_3BO_3 .

En el presente trabajo únicamente se presentan las imágenes más representativas del efecto que tiene la concentración electrolítica, la temperatura y el voltaje aplicados durante el proceso de anodizado en el crecimiento de las películas de oxido depositadas sobre la aleación de aluminio 2024-T3.

Para realizar un análisis más claro y puntual de los espesores de películas de oxido obtenidos durante el proceso de anodizado, se graficaron los resultados observados en la **tabla 3**. En la **figura 7** se puede observar el efecto sobre el crecimiento del espesor de la película de oxido que presentan los diferentes voltajes de anodizado y la variación de la concentración de ácido bórico, a una temperatura constante de 10°C en el baño electrolítico de anodizado. Analizando la grafica se observa que cuando aumenta el voltaje de anodizado también aumenta el espesor de la película de oxido, obteniendo así el menor espesor a un voltaje de 15 volts y el espesor mayor a un voltaje de 25 volts para cada una de las concentraciones de ácido bórico; el aumento en la concentración de baño electrolítico de 1% a 2% en peso de ácido bórico presenta una disminución en el espesor de película de oxido, sin embargo, cuando se aumenta de 2% a 3% en peso de ácido bórico presenta un incremento en el espesor de la película de oxido, obteniendo con estos comportamientos que el mayor espesor es obtenido con una concentración de ácido bórico del 3% y el espesor menor se logra con un baño electrolítico de 2% de ácido bórico.

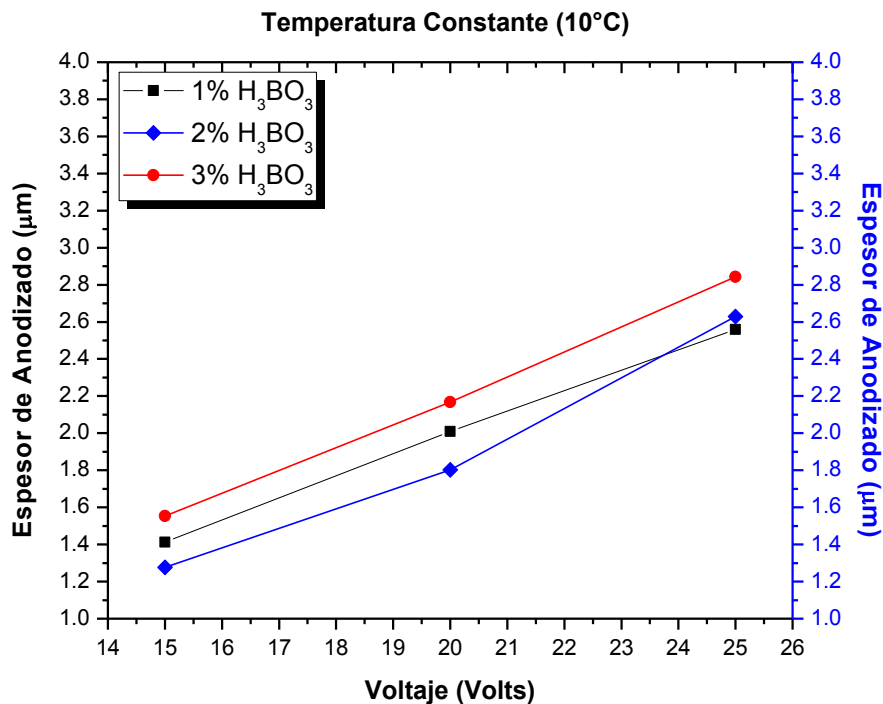


Figura 7. Grafica de espesor de anodizado contra voltaje de anodizado, con temperatura constante de 10°C y concentración electrolítica de 1% a 3% de ácido bórico (H₃BO₃).

El comportamiento del crecimiento de la película de oxido de aluminio mostrado en la **figura 7** para una temperatura constante de 10°C, variaciones de concentración electrolítica de 1% a 3% de acido bórico y voltajes de anodizado de 15 a 20 volts fue muy similar al comportamiento observado bajo temperaturas constantes de 15°C y 20°C, con las mismas variaciones de concentraciones electrolítica y voltajes de anodizado.

El análisis de la **figura 8** nos muestra el efecto sobre el crecimiento del espesor de la película de oxido que presenta la variación de temperatura de anodizado y de la concentración electrolítica de acido bórico, a un voltaje constante de 20 volts. Puede notarse en la grafica que para un aumento en la temperatura de anodizado corresponde un aumento en el espesor de película de oxido, presentándose este comportamiento en cada una de las concentraciones de acido bórico desarrolladas, con esto se observa que el espesor mayor se presenta a una temperatura de baño electrolítico de 20°C y el menor crecimiento de película de oxido corresponde a una temperatura de 10°C; el aumento en la concentración de baño electrolítico de 1% a 2% en peso de acido bórico presenta una disminución en el espesor de película de oxido, sin embargo, un segundo aumento de 2% a 3% en peso de acido bórico presenta un aumento en el espesor de la película de oxido, obteniendo con estos comportamientos que el mayor espesor se obtiene con una concentración de acido bórico del 3% y el espesor menor se logra con un baño electrolítico de 2% de acido bórico.

El análisis similar al anterior de variación de temperatura de anodizado y de concentración electrolítica de acido bórico, pero con voltaje constante de 15 volts, nos arroja resultados muy similares a los observados en la **figura 8**. Sin embargo, este mismo análisis pero con 25 volts de voltaje constante presentó algunos cambios significativos a los ya expuestos anteriormente, para la temperatura de 10°C siguió presentando la tendencia de espesores de anodizado mayores con un baño electrolítico de 3% en peso de acido bórico, seguido por el de 2% y el menor espesor se presenta a 1% en peso de acido bórico, con temperaturas de 15°C y 20°C, los espesores de anodizado obtenido con el 3% en peso de acido bórico fueron los menores, contrario a lo ocurrido en todos los casos anteriores, es importante recalcar que esto solamente ocurrió bajo estas condiciones de anodizado. Los espesores de anodizado mayores obtenidos bajo las mismas condicionante de voltaje y temperatura se presentaron con 1% en peso de acido bórico, seguido por los espesores presentados con 2% en peso de acido bórico, siendo este comportamiento contrario a todos los casos analizados anteriormente.

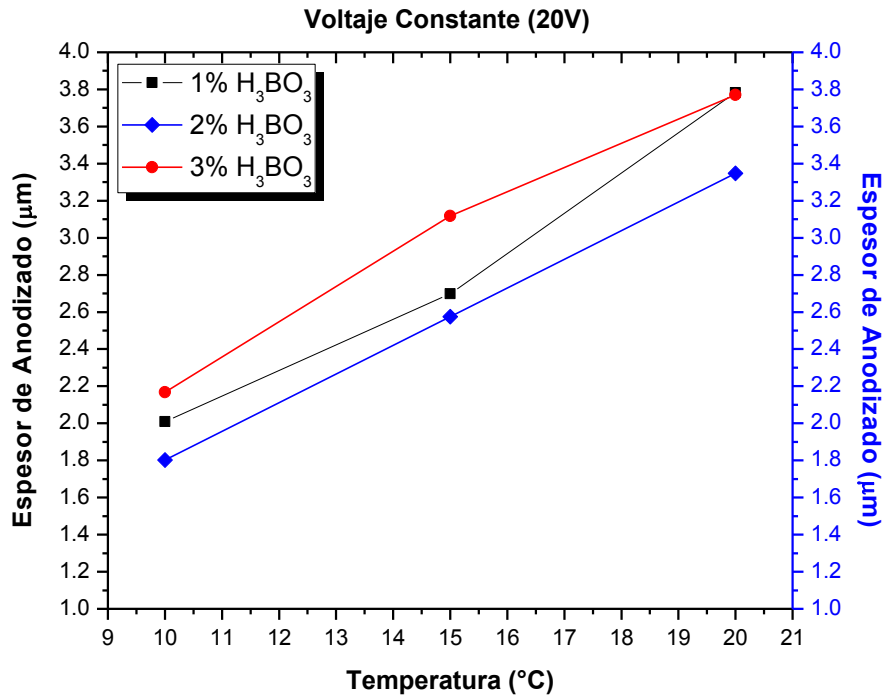


Figura 8. Grafica de espesor de anodizado contra temperatura de anodizado, con voltaje constante de 20 volts y concentración electrolítica de 1% a 3% de ácido bórico (H₃BO₃).

Es importante observar en la **figura 8** que el espesor de película de anodizado obtenido para las condiciones de 1% y 3% de ácido bórico, temperatura de 20°C y voltaje de anodizado de 20 volts es muy similar, esto es debido a que el proceso de anodizado con 3% de ácido bórico presentó un incremento en la demanda de densidad de corriente después de 20 minutos de anodizado, lo cual significa que la tasa de crecimiento de película de anodizado disminuyó ocasionando que el crecimiento de película logrado con el proceso de 1% de ácido bórico igualará el espesor de película obtenido con el proceso de 3%.

La **figura 9** nos muestra el efecto sobre el crecimiento del espesor de la película de óxido que presenta la variación de temperatura y voltaje de anodizado, a una concentración electrolítica constante de 1% en peso de ácido bórico. Se puede observar que para un aumento de temperatura del baño electrolítico de anodizado corresponde un aumento en el espesor de película de óxido generada, con esto el espesor mayor se presenta a una temperatura de baño electrolítico de 20°C y el menor crecimiento de película de óxido corresponde a una temperatura de 10°C; este mismo comportamiento se observa para los voltajes de anodizado, un aumento en el voltaje representa un crecimiento de película de óxido mayor, debido a esto se observa que los espesores de anodizado menores se obtuvieron

con un voltaje de anodizado de 15 volts, seguido por los obtenidos con 20 volts y finalmente se logró el mayor crecimiento de espesor de película de anodizado con un voltaje de 25 volts.

El comportamiento del crecimiento de la película de oxido de aluminio mostrado en la **figura 9** para una concentración electrolítica constante de 1% en peso de ácido bórico, variaciones de temperatura de 10°C a 20°C y voltajes 15 a 20 volts fue muy similar al comportamiento observado bajo concentraciones electrolíticas constantes de 2% y 3%, con las mismas variaciones de temperatura y voltaje de anodizado.

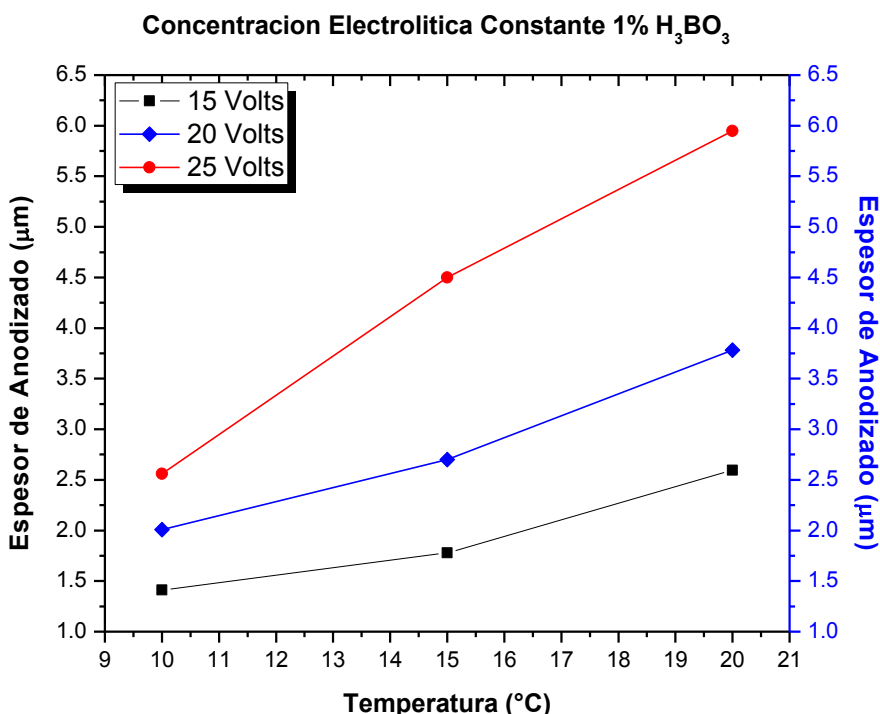


Figura 9. Grafica de espesor de anodizado contra temperatura de anodizado, con concentración electrolítica constante 1% de ácido bórico (H₃BO₃) y variaciones de voltaje de anodizado de 15 a 25 volts.

El análisis de estos resultados muestran que la adición de ácido bórico en el baño electrolítico de anodizado sí presenta una influencia directa sobre el crecimiento de la película de anodizado, mostrando que adicionar 3% de ácido bórico a la solución electrolítica genera un espesor de película de anodizado mayor, seguido por el espesor obtenido con 1% de ácido bórico y el menor crecimiento de película se obtiene con 2% de ácido bórico. La influencia de la variación de temperatura y voltaje de anodizado sobre el crecimiento de película de anodizado corresponde al comportamiento esperado; el uso de temperaturas y voltajes bajos permitirán obtener una película delgada, por otro lado, el uso de temperaturas y voltajes de anodizados altos producirán películas de espesores mayores [2].

7.2 Análisis de morfología superficial.

Este análisis evalúa el tipo de morfología que se presenta en la superficie de las muestras de aluminio anodizado, basándose en las imágenes obtenidas por medio de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

7.2.1 Análisis de morfología superficial por microscopía óptica.

El análisis consistió en evaluar la morfología presentada por la interface metal/película de anodizado donde se generan y desarrollan las picaduras de oxidación, el análisis de esta zona específica es posible debido a que la película de óxido obtenida con la solución electrolítica de combinación de ácido sulfúrico y ácido bórico no presenta coloración, esto es, la película de óxido de aluminio obtenida es transparente, eliminando ligeramente el brillo natural del aluminio 2024-T3.

En la **figura 10** se observan las imágenes por microscopía óptica de la morfología que se presenta en la interface metal/película de anodizado, la imagen a) corresponde a la superficie de la muestra de aluminio 2024-T3 sin película de óxido, las imágenes de b) a f) corresponden a la superficie de la interface metal/película de anodizados a diferentes ampliaciones que van desde 50x hasta 1000x sucesivamente. En la imagen a) se observa que la superficie del aluminio 2024-T3 presenta únicamente las marcas típicas de desbaste debido a la preparación metalográfica a la que fue sometida la muestra previamente al proceso de anodizado.

Las imágenes de b) a f) de la **figura 10** muestran la morfología de la interface metal/película de anodizado en las cuales se observa una superficie rugosa conformada por visibles líneas verticales debidas a la preparación de muestra previa al proceso de anodizado, en comparación con la imagen a) es claramente visible que la rugosidad debida a la preparación metalográfica previa es reducida por el proceso de anodizado logrando que las líneas verticales se desvanezcan en buena medida; se puede también observar claramente, la presencia de picaduras de oxidación presentes en la superficie del aluminio anodizado y que se localizan específicamente en la interface metal/película de anodizado.

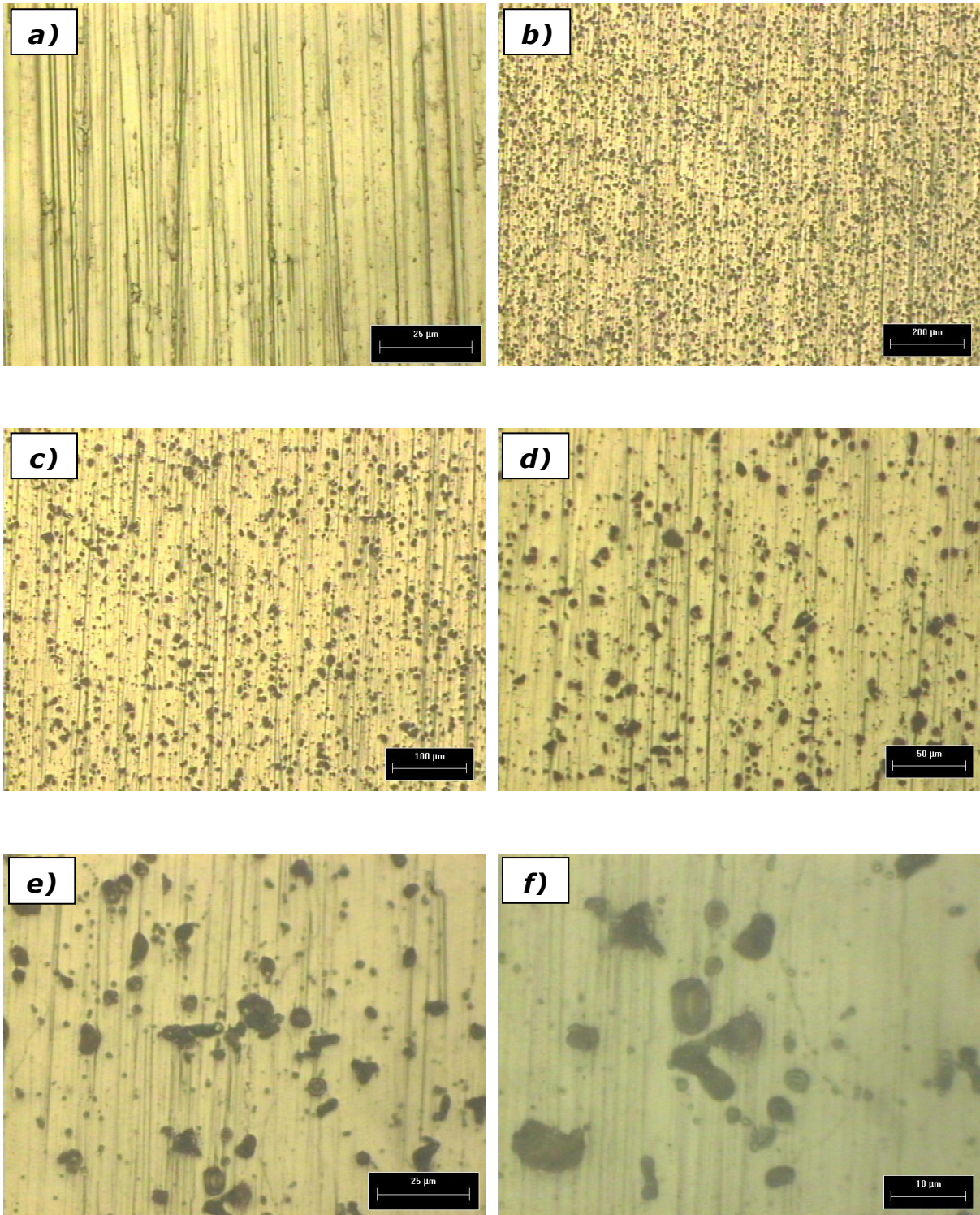


Figura 10. Imágenes de microscopía óptica de a) aluminio 2024-T3 sin película de anodizado; muestra anodizada a 3% en peso de H_3BO_3 , 20°C y 15 volts, amplificación de b) 50X, c) 100X, d) 200X, e) 500X y f) 1000X.

7.2.2 Análisis de morfología superficial por microscopia electrónica de barrido.

En este segundo análisis de morfología de película de óxido de aluminio utilizando microscopia electrónica de barrido, se pudo analizar más detalladamente la morfología de las picaduras de oxidación que presenta la película de óxido de aluminio, gracias a la amplificación y calidad de imágenes obtenidas con el microscopio electrónico.

La **figura 11** corresponde a la muestra de aluminio 2024-T3 anodizada a 1% en peso de ácido bórico, temperatura de solución electrolítica de 10°C y 25 volts de anodizado, en esta se pueden observar diferentes morfologías de huecos generados en la película de óxido debidos a las picaduras de oxidación. En esta imagen los huecos identificados con la letra A presentan una forma completamente cilíndrica, con una cavidad de hueco que se extiende hasta la superficie del metal base y paredes de hueco relativamente lisas. Los huecos identificados con la letra B presentan una forma irregular, la profundidad de la cavidad del hueco no se extiende hasta la base de aluminio, sino que está conformado por una base de óxido de aluminio de morfología muy irregular, al igual que las paredes de hueco. Finalmente los huecos identificados con letra C también presentan una forma no definida, pero en este caso la cavidad de los huecos si se extienden hasta el metal base, y las paredes de hueco de oxidación presentan una morfología irregular.

La morfología de los huecos generados en la película de óxido debidos a las picaduras de oxidación de la muestra anodizada a 1% en peso de ácido bórico, temperatura de 15°C y 20 volts se presenta en la **figura 12**, podemos observar que los huecos de oxidación, tanto los identificados con la letra A como con la letra B, presentan una forma irregular, en la mayor parte de los huecos las cavidades logran extenderse hasta la superficie del aluminio, presentando paredes de hueco completamente lisas.

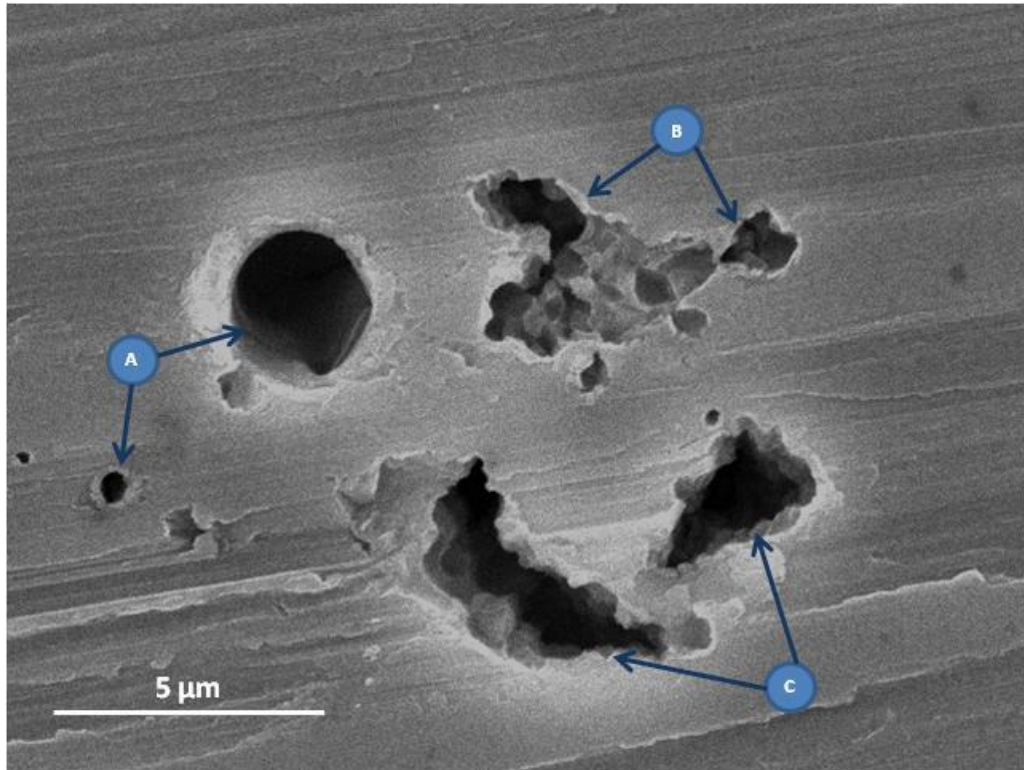


Figura 11. Imagen SEM de huecos debidos a picaduras de oxidación de película de oxido anodizada a 1% de H_3BO_3 , 10°C y 25 volts.

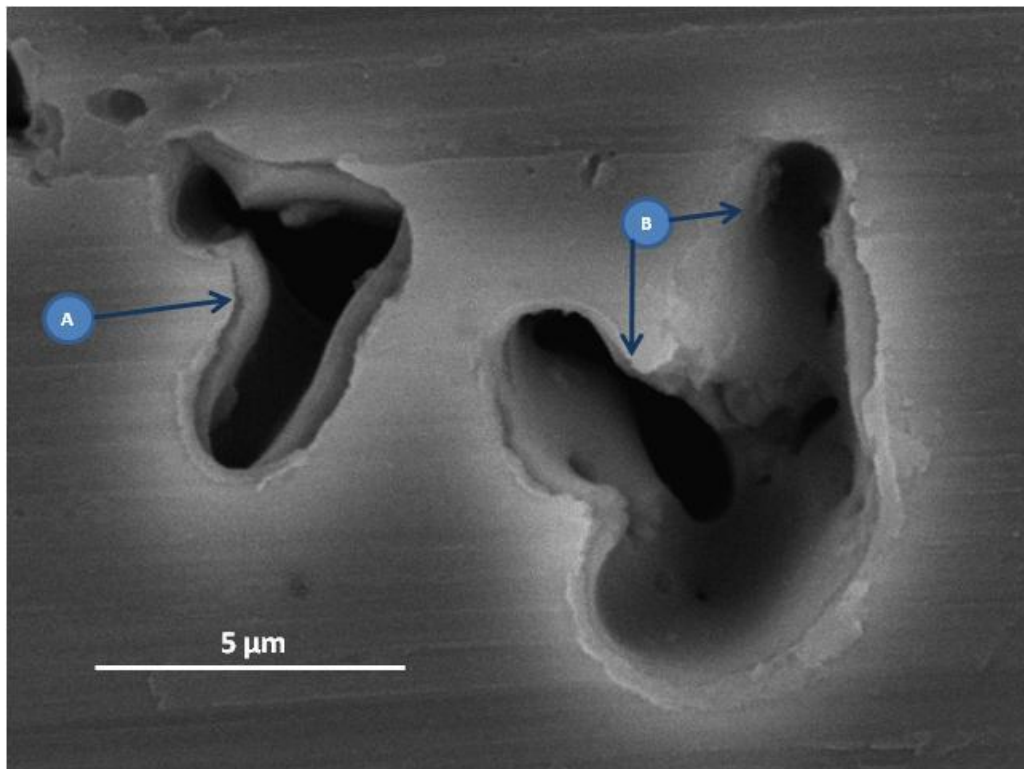


Figura 12. Imagen SEM de huecos debidos a picaduras de oxidación de película de oxido anodizada a 1% de H_3BO_3 , 15°C y 20 volts.

La **figura 13** corresponde a la película de oxido obtenida de la muestra anodizada a 2% en peso de ácido bórico, temperatura de 15°C y 20 volts, se pueden observar huecos de oxidación de diferentes dimensiones con forma irregular, en algunas de las zonas se aprecia que la cavidad se extiende hasta la superficie del aluminio, como lo es en los casos identificados con letra A y B, en otras zonas se visualiza una superficie de oxido de aluminio con base irregular, como se observa en las zonas identificadas con la letra C, en todos los casos se observa que las paredes de los huecos presentan una morfología irregular.

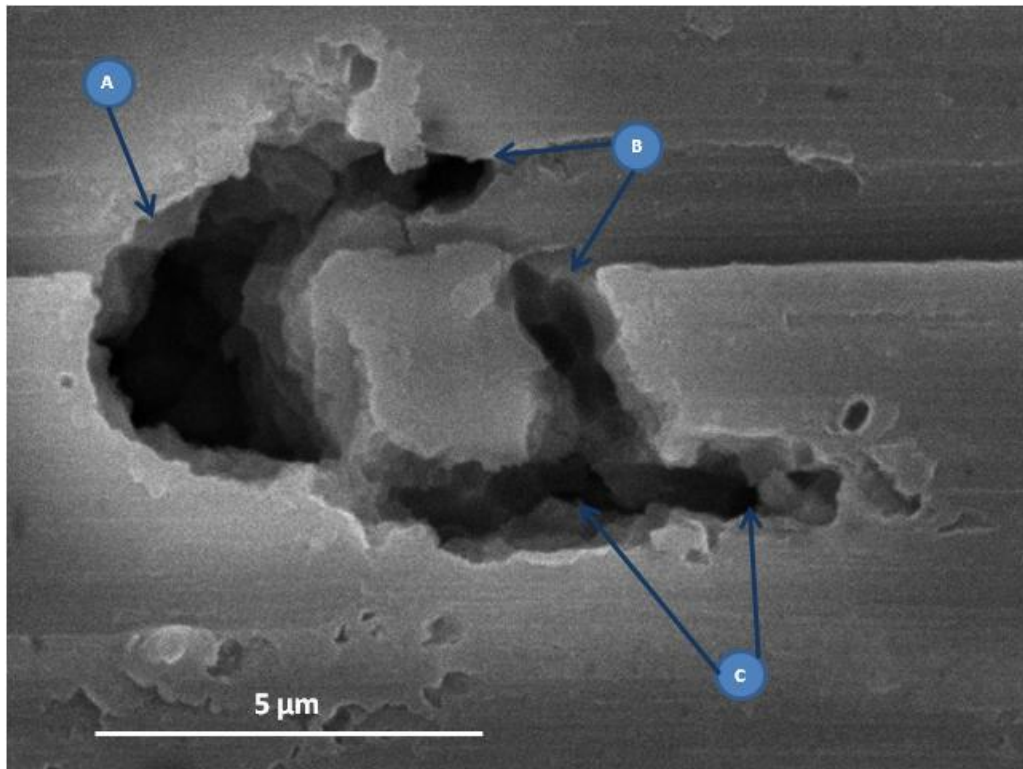


Figura 13. Imagen SEM de huecos debidos a picaduras de oxidación de película de oxido anodizada a 2% de H_3BO_3 , 15°C y 20 volts.

La **figura 14** corresponde a la imagen tomada de una muestra anodizada a 2% en peso de ácido bórico, temperatura de 15°C y 25 volts, en la cual se puede observar un hueco debido a picadura de oxidación que presenta una morfología casi en su totalidad cilíndrica, con una profundidad que logra llegar a la superficie del metal base y presenta en las paredes del cilindro formado una morfología casi en su totalidad lisa.

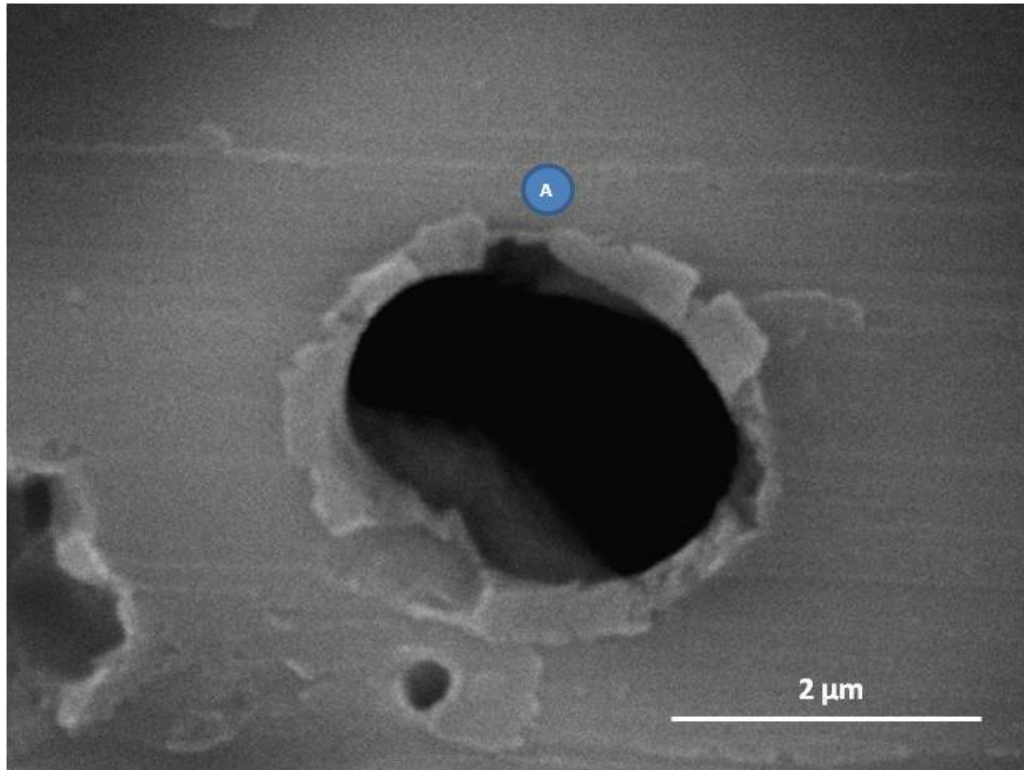


Figura 14. Imagen SEM de huecos debidos a picaduras de oxidación de película de oxido anodizada a 2% de H_3BO_3 , 15°C y 25 volts.

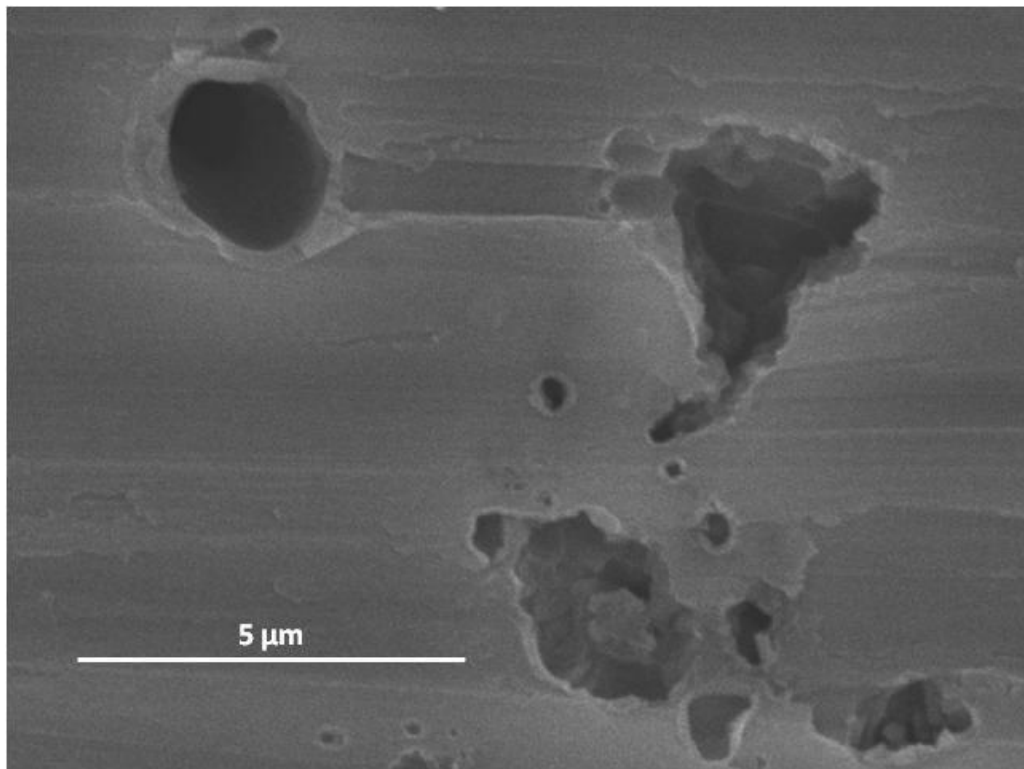


Figura 15. Imagen SEM de huecos debidos a picaduras de oxidación de película de oxido anodizada a 3% de H_3BO_3 , 10°C y 25 volts.

Para la muestra correspondiente a la **figura 15**, la cual fue anodizada a 3% en peso de ácido bórico, temperatura de 10°C y 25 volts, y la muestra de la **figura 16** anodizada a 3% en peso de ácido bórico, temperatura de 20°C y 15 volts, se puede observar que para ambos casos se obtienen huecos de oxidación con características iguales o muy similares a las imágenes presentadas anteriormente. Se siguen observando huecos en las películas de óxido debidos a picaduras de oxidación con figuras cilíndricas y en otros casos con formas irregulares, en algunos casos la profundidad de los huecos se extiende hasta la superficie de aluminio y en otros casos presentan menor profundidad con una superficie en el fondo del hueco de óxido de aluminio con morfología irregular, finalmente se observan morfologías de pared de hueco en algunos casos lisa y en otros casos irregulares.

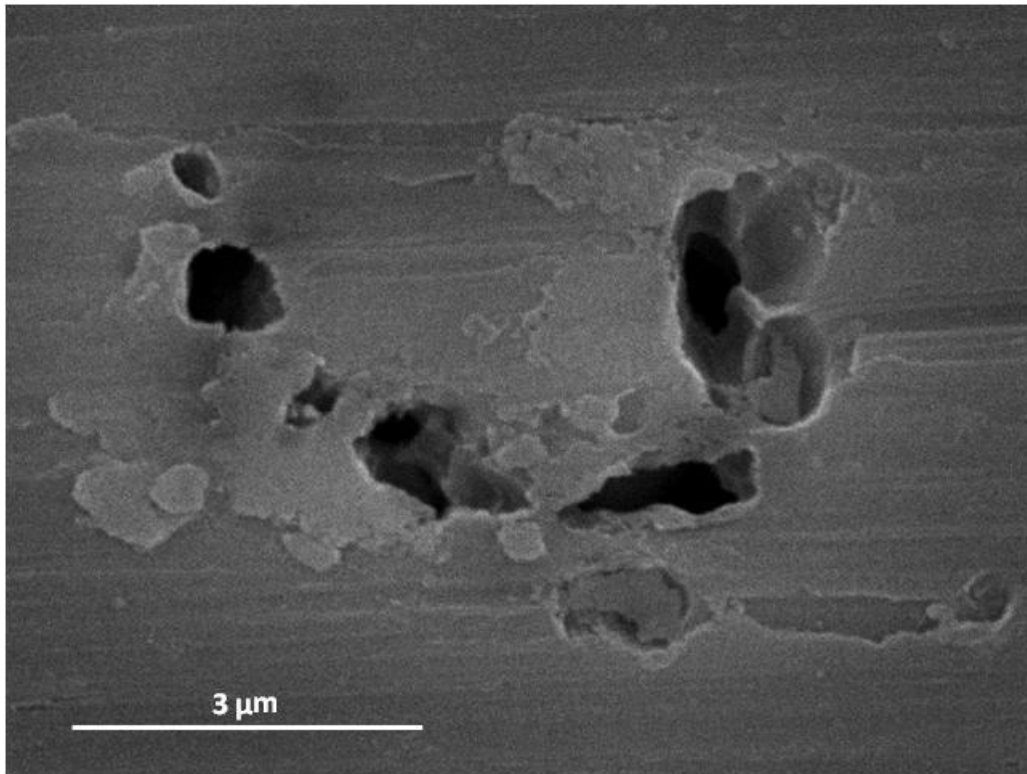


Figura 16. Imagen SEM de huecos debidos a picaduras de oxidación de película de óxido anodizada a 3% de H_3BO_3 , 20°C y 15 volts.

Los diferentes tipos de morfología que presentan los huecos en la película de óxido generados por las picaduras de oxidación presentes en el metal base se presentaron de forma generalizada en todas las muestras anodizadas y con característica similares para todos los casos; por lo tanto, la variación de condiciones de anodizado como lo son la concentración de solución electrolítica, temperatura de la misma y voltaje, no presentan una influencia sobre el tipo de morfología de los huecos por picaduras de oxidación.

7.2.3 Mecanismo de generación de picaduras de oxidación.

Los análisis de morfología superficial por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido de las superficies de las muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas mostraron como resultado la presencia de picaduras de oxidación en la interface metal/ película de oxido y huecos debidos a estas mismas picaduras de oxidación en la película de oxido depositada.

La oxidación por picaduras es una forma de corrosión extremadamente localizada y se manifiesta como huecos u orificios presentes en la superficie del metal base. Este tipo de corrosión se presenta muy comúnmente en los aluminios y sus aleaciones, las picaduras son muy variables en su morfología y se deben a las reacciones anódicas localizadas en lugares específicos de estas mismas superficies. La causa principal de la generación de picaduras de oxidación en las muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas correspondería a la composición heterogénea del mismo metal base que presenta precipitados de Al-Cu-Mg-Fe-Mn, que normalmente precipitan durante el tratamiento térmico al que es sometido esta aleación de aluminio, lo cual permite que aumente su resistencia mecánica, pero al mismo tiempo induce al material a que sufra muy probablemente el problema de picaduras de oxidación durante el proceso de anodizado [13] [14].

En la **figura 17** se muestran las imágenes de micrografías del aluminio 2024-T3 obtenidas con microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, sin ataque electroquímico y con ataque electroquímico como mecanismo para revelar los precipitados, en dichas imágenes se puede observar claramente los precipitados de los elementos aleantes presentes en las muestras sometidas al proceso de anodizado. En la **figura 18** se observan los espectrogramas de dispersión de energía de rayos X del análisis elemental realizado a los precipitados presentes en la superficie del aluminio 2024-T3, con lo cual se comprueba la presencia elemental de Al-Cu-Mg-Fe-Mn.

En el proceso de anodizado de aluminio la oxidación se presenta sobre toda la superficie de aluminio 2024-T3 como ya se ha mencionado anteriormente en este trabajo de tesis; por lo tanto, el mecanismo de generación de picaduras de oxidación comienza muy probablemente en la interface metal/precipitado presente en la misma superficie, en donde la composición elemental principal del metal base es el aluminio y los precipitados presentan una composición elemental de Al-Cu-Mg-Fe-Mn.

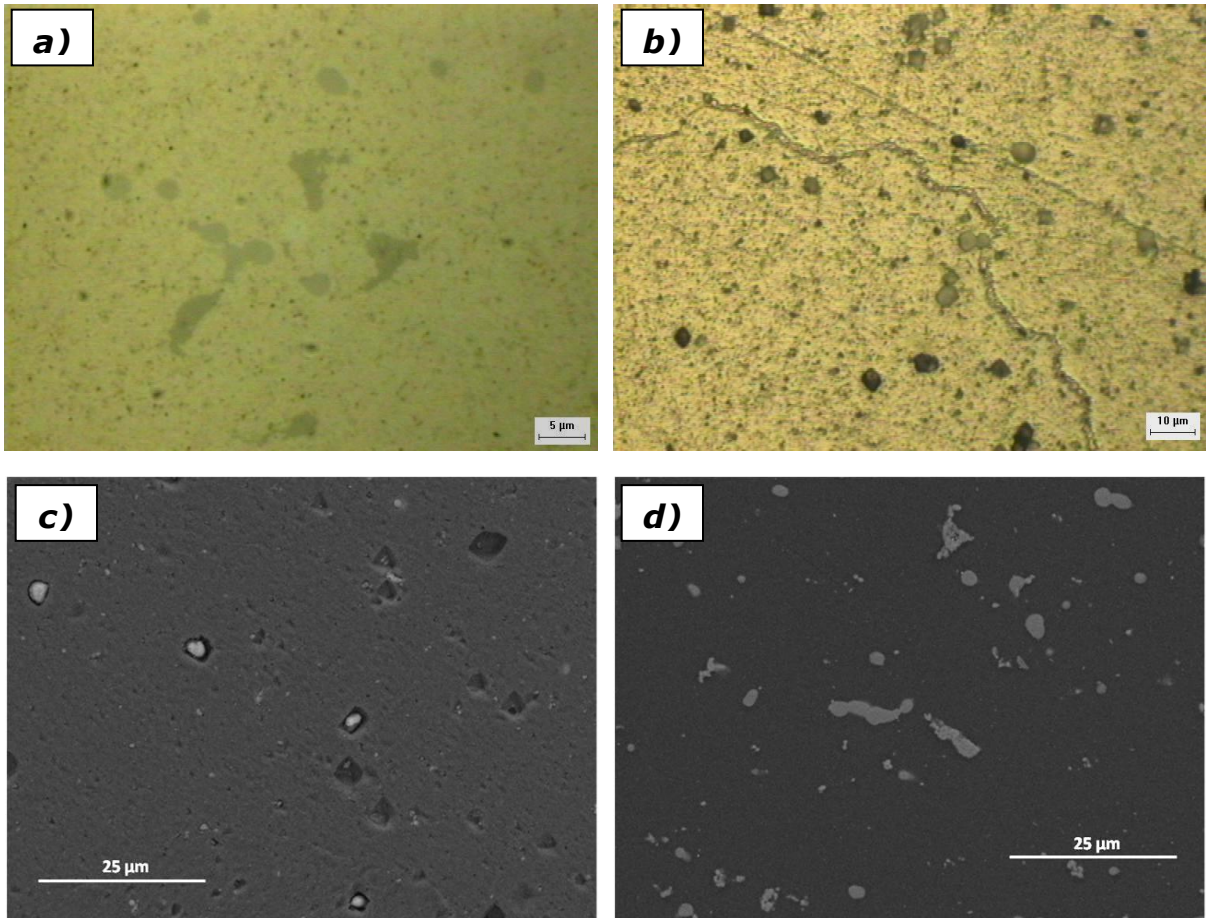


Figura 17. Imágenes de micrografías de aluminio 2024-T3 a) por microscopía óptica y sin ataque electroquímico; b) por microscopía óptica con ataque electroquímico; c) por microscopía electrónica de barrido con ataque electroquímico; d) por microscopía electrónica de barrido sin ataque electroquímico.

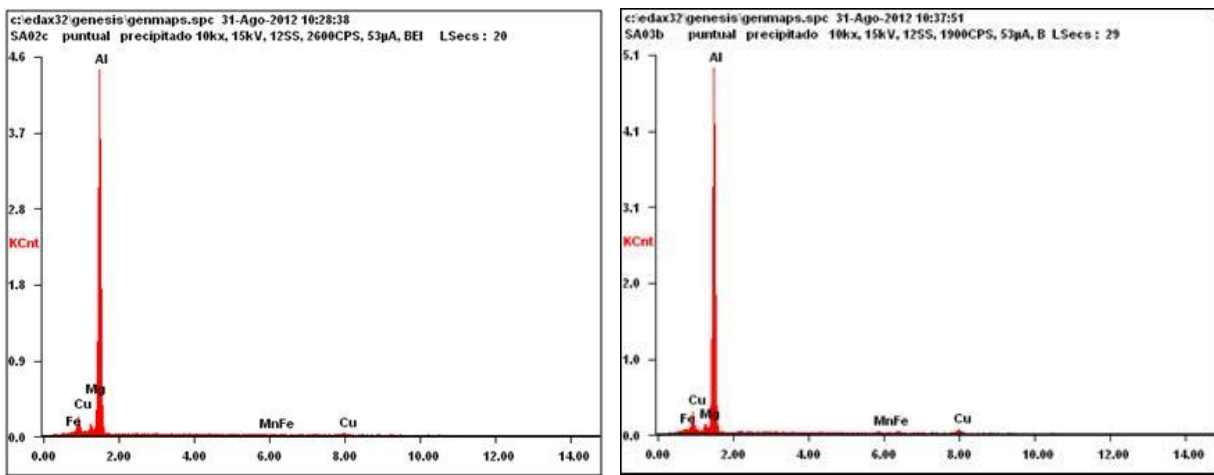


Figura 18. Espectrogramas de dispersión de energía de rayos X (EDS) de análisis elemental de precipitados de muestra de aluminio 2024-T3.

Cuando dos metales están en contacto en un ambiente electrolítico, como lo es la solución electrolítica de anodizado de combinación de ácidos sulfúrico – bórico, presentan oxidación electrolítica. El grado de oxidación depende fundamentalmente de la diferencia de potencial eléctrico existente entre los dos metales en contacto, cuando más bajo sea el potencial de un metal, la oxidación se presentara con mayor facilidad; del mismo modo cuando mayor sea la diferencia de potencial entre los dos metales en contacto, mayor será la oxidación electrolítica producida entre ambos en perjuicio siempre del metal de menor potencial.

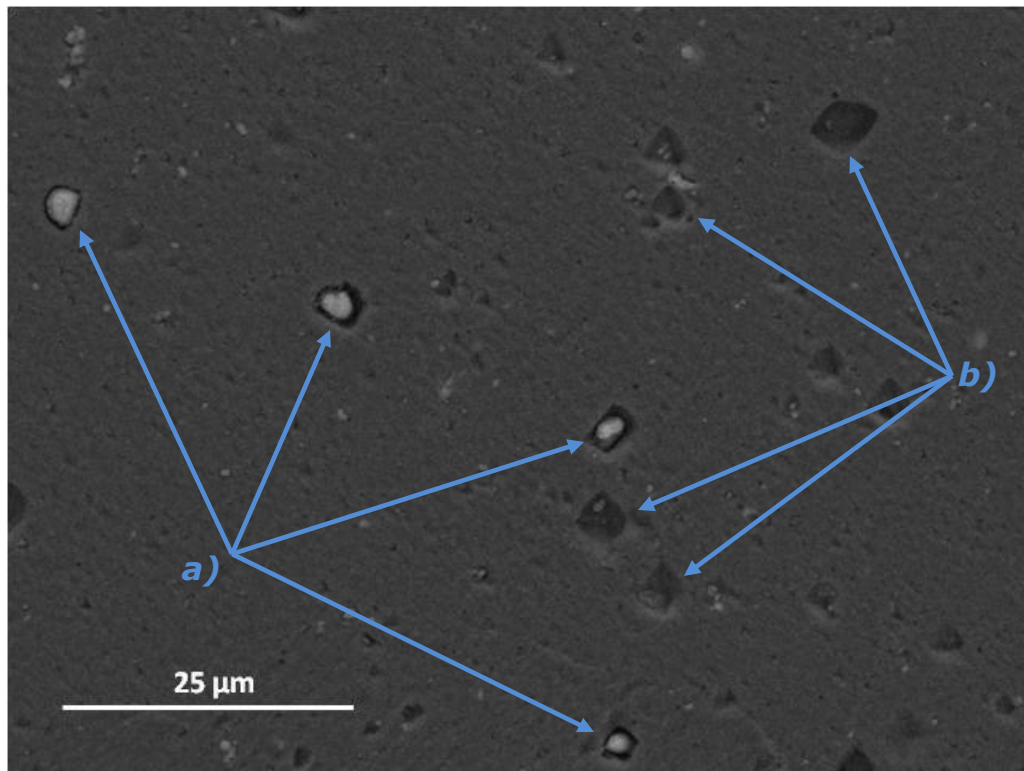


Figura 19. Imagen de microscopio electrónico de barrido de superficie de aluminio 2024-T3 presentando a) precipitados de CuAl_3 antes del desprendimiento y b) apariencia de las picaduras de oxidación después del desprendimiento de precipitados de CuAl_3 .

En base a esta información los precipitados de CuAl_3 presentan mayor potencial eléctrico que el aluminio como metal base, correspondiéndole al aluminio por consecuencia una velocidad de oxidación mayor provocando con esto el desprendimiento de los precipitados de CuAl_3 generando de este modo las picaduras de oxidación y posteriormente los huecos debidos a las picaduras de oxidación presentes en la película de oxido de aluminio, estos fenómenos se pueden apreciar visualmente en la imagen de la **figura 19**.

7.3 Análisis de picaduras de oxidación.

Este análisis consistió en identificar y contabilizar la cantidad de picaduras de oxidación presentes en la superficie de las muestras de aluminio anodizadas, el conteo de picaduras de oxidación se realizó utilizando las imágenes de microscopía óptica de cada una de las 27 muestras anodizadas. Un segundo análisis de estas mismas imágenes consistió en determinar la densidad de área correspondiente a las picaduras de oxidación presentes en la misma superficie de aluminio anodizado. Los resultados obtenidos de ambos análisis fueron graficados con la intención de visualizar con mayor detalle la influencia de la adición de ácido bórico al baño electrolítico, variación de temperatura y voltaje de procesos de anodizado sobre la cantidad de picaduras de oxidación y la densidad de área correspondiente a estas mismas.

En la gráfica de la **figura 20** se puede observar el efecto que presenta la adición de ácido bórico en la generación de picaduras de oxidación y la densidad de área que estas mismas presentan, con un 1% en peso de ácido bórico se obtienen en promedio 100 picaduras de oxidación y una densidad de área de $1183 \mu\text{m}^2$, con el aumento de ácido bórico a 2% en peso se observa una cantidad promedio de 95 picaduras de oxidación y una densidad de área de $1166 \mu\text{m}^2$, finalmente con una adición de 3% en peso de ácido bórico se observaron un promedio total de 102 picaduras de oxidación y una densidad de área de $1189 \mu\text{m}^2$. Con esta información se observa que la cantidad de ácido bórico que mejor controla la presencia de picaduras de oxidación y la densidad de área es con una adición del 2% en peso de ácido bórico, presentando los valores menores para estas variables. De igual manera la cantidad de ácido bórico que presentó un menor control de picaduras de oxidación y densidad de área fue la adición de 3% en peso de ácido bórico, la cual presentó los valores mayores.

La **figura 21** muestra la gráfica donde se visualiza la influencia que presenta la variación de temperatura de solución electrolítica sobre la generación de picaduras de oxidación y la densidad de área que estas mismas presentan, con una temperatura de 10°C se obtienen en promedio 89 picaduras de oxidación y una densidad de área de $948 \mu\text{m}^2$, aumentando la temperatura de solución electrolítica a 15°C también aumentan la cantidad de picaduras de oxidación llegando a un promedio de 101 picaduras y la densidad de área de $1186 \mu\text{m}^2$, para la temperatura de 20°C se observaron un promedio de 107 picaduras de oxidación y una densidad de área de $1404 \mu\text{m}^2$.

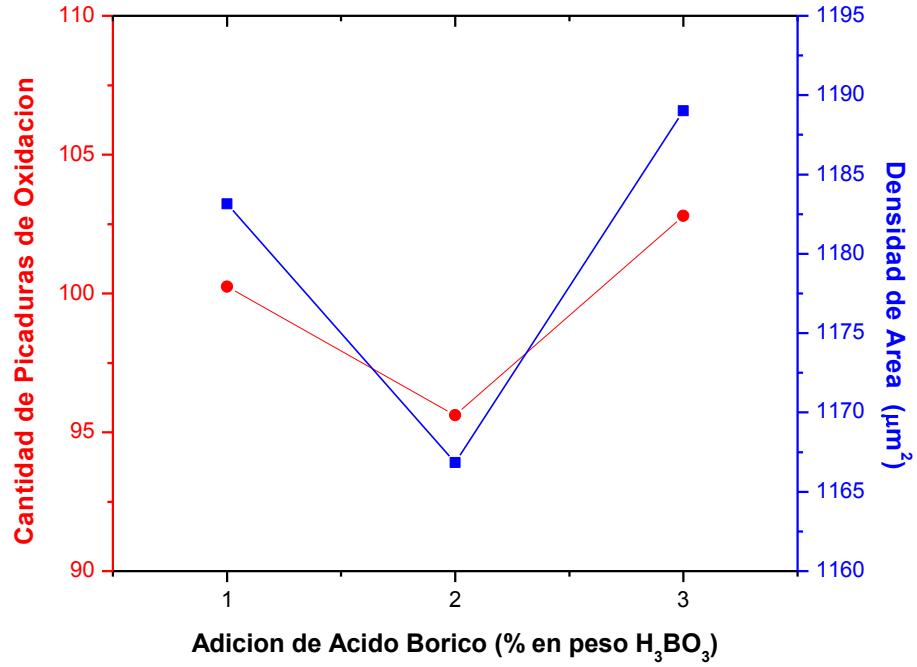


Figura 20. Grafica de adición de ácido bórico (% en peso) contra cantidad de picaduras de oxidación y densidad de área de picaduras de oxidación.

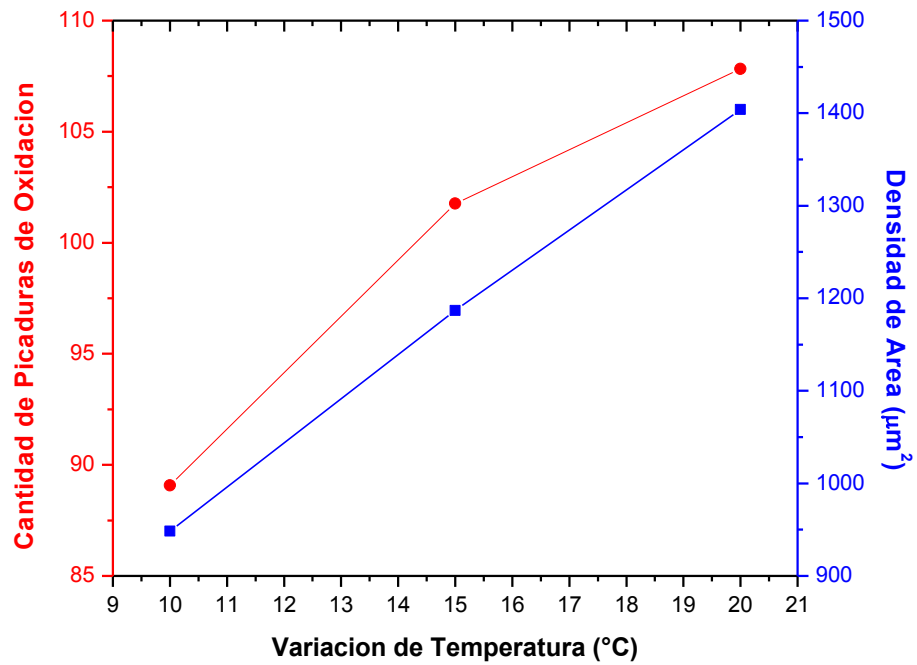


Figura 21. Grafica de variación de temperatura de solución electrolítica ($^{\circ}\text{C}$) contra cantidad de picaduras de oxidación y densidad de área de picaduras de oxidación.

En los resultados de la **figura 21** se observa que el aumento de la temperatura de solución electrolítica produce una mayor cantidad de picaduras de oxidación y densidad de área con picaduras de oxidación, teniendo con esto que los valores menores se presentan a una temperatura de solución electrolítica de 10°C y los valores mayores se observan a 20°C.

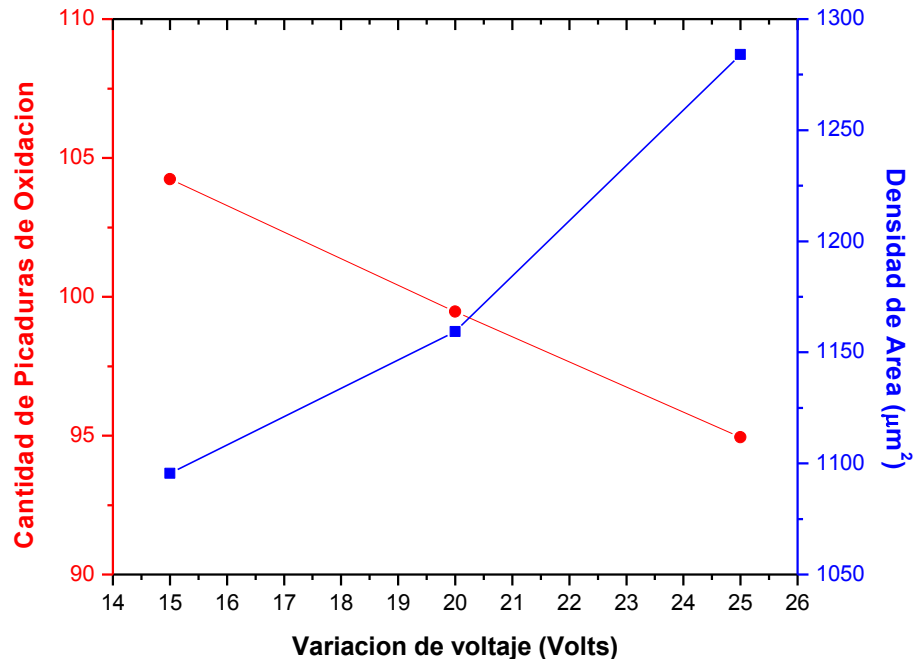


Figura 22. Grafica de variación de voltaje de anodizado (volts) contra cantidad de picaduras de oxidación y densidad de área de picaduras de oxidación.

En la grafica de la **figura 22** se puede observar el efecto que presenta la variación de voltaje de anodizado en la generación de picaduras de oxidación y la densidad de área que estas misma presentan, con un voltaje de 15 volts se obtienen en promedio 104 picaduras de oxidación y una densidad de área de 1095 μm^2 , con el aumento en el voltaje a 20 volts se observa una cantidad promedio de 99 picaduras de oxidación y una densidad de área de 1159 μm^2 , finalmente con un voltaje de 25 volts se observaron un promedio total de 95 picaduras de oxidación y una densidad de área de 1284 μm^2 . Con esta información se observa que el voltaje de anodizado que mejor controla la presencia de picaduras de oxidación presentando los valores menores es el de 25 volts, pero con este voltaje se presenta la mayor densidad de área de picaduras de oxidación. Por lo contrario, con un voltaje de 15 volts se presentan los valores menores de densidad de área de picaduras de oxidación y los valores mayores para la cantidad de picaduras de oxidación.

Con estos resultados podemos ver que al adicionar 2% en peso de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado obtendremos menor ataque por picaduras de oxidación y con densidades de área menores, la temperatura que presento mejores resultados con picaduras de oxidación y densidades de área menores fue la de 10°C. El utilizar 25 volts para el proceso de anodizado nos permite obtener una menor cantidad de picaduras de oxidación, pero densidades de área mayores y utilizar 15 volts nos produce la mayor cantidad de picaduras de oxidación, pero con densidades de área menores; este fenómeno se debe probablemente a que cuando el voltaje produce una cantidad menor de picaduras de oxidación estas son de tamaño relativamente grande e inversamente al producir una cantidad grande de picaduras de oxidación estas presentan un tamaño relativamente pequeño.

7.4 Análisis de composición elemental.

El presente microanálisis de composición elemental se llevo a cabo utilizando la técnica de espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDS) mediante microscopia electrónica de barrido, se evaluaron la muestra de aluminio 2024-T3 sin proceso de anodizado y las 27 muestras anodizadas bajo distintos parámetros; en la **tabla 4** se puede observar la identificación de las muestras, los parámetros de anodizado de cada una de ellas y los resultados de composición elemental obtenida por EDS en unidades de % en peso.

El microanálisis se realizó sobre una superficie específica de cada una de las muestras evaluadas, todas las lecturas de composición elemental mostradas en la **tabla 4** se tomaron a una magnificación de 500x y en modo general de lectura sobre el total de área enfocada a la magnificación ya mencionada; la condición de voltaje del microscopio electrónico de barrido se estableció en 15 KV, asegurando que todos los microanálisis se realizaron bajo esta misma condición de voltaje.

Con los resultados observados de este microanálisis se confirma la presencia de la película de óxido de aluminio sobre las muestras de aluminio 2024-T3 sometidas al proceso de anodizado debido a la presencia de elementos como el oxígeno y azufre; observando los resultados de la **tabla 4**, la muestra de aluminio sin película de anodizado no presenta lecturas de oxígeno y azufre, el resto de las muestras si presentan lecturas de estos elementos, el oxígeno alcanza un valor promedio de 16.9 % en peso, teniendo como valor máximo 18.48 y mínimo 13.43 % en peso.

Tabla 4. Resultados de composición elemental EDS de muestras de aluminio 2024-T3 anodizado.

Muestra	Parámetros de Anodizado			Composición elemental EDS (% Peso)						
	% H ₃ BO ₃ (% peso)	Temp. (°C)	Voltaje (V)	Al K	O K	Cu L	Mg K	Si K	S K	Mn K
A00	N/A	N/A	N/A	94.4	N/A	3.9	1.7	N/A	N/A	N/A
A01	1	10	15	76.56	14.56	1.02	1.45	1.54	4.87	N/A
A02	1	10	20	72.77	17.46	0.48	1.12	1.24	6.93	N/A
A03	1	10	25	71.24	18.09	0.24	1.23	1.21	7.99	N/A
A04	1	15	15	75.06	16.35	N/A	1.45	1.2	5.92	N/A
A05	1	15	20	71.5	18.42	N/A	1.41	1.46	7.21	N/A
A06	1	15	25	70.82	18.44	N/A	1.18	1.33	8.23	N/A
A07	1	20	15	72.95	17.94	N/A	1.2	1.45	6.46	N/A
A08	1	20	20	71.01	18.14	0.36	1.17	1.68	7.64	N/A
A09	1	20	25	70.76	18.48	N/A	1.03	1.45	8.28	N/A
A10	2	10	15	79.08	13.62	0.56	1.13	0.87	4.74	N/A
A11	2	10	20	73.86	16.89	0.23	1.02	1.02	6.98	N/A
A12	2	10	25	71.61	17.69	0.47	1.14	0.85	8.24	N/A
A13	2	15	15	74.27	16.21	0.61	1.29	1.32	6.3	N/A
A14	2	15	20	71.96	17.63	0.12	0.83	0.98	7.76	0.72
A15	2	15	25	70.73	17.54	0.5	1.21	0.96	8.31	0.75
A16	2	20	15	72.94	17.17	0.21	0.97	0.89	7.02	0.8
A17	2	20	20	71.06	17.54	0.76	1.29	1.32	7.33	0.7
A18	2	20	25	70.64	17.11	0.66	1.26	1.02	8.39	0.92
A19	3	10	15	78.1	13.43	0.77	1.15	1.07	4.6	0.88
A20	3	10	20	73.9	15.52	0.7	1.2	1.18	6.67	0.83
A21	3	10	25	71.18	16.69	0.78	1.32	1.17	7.92	0.94
A22	3	15	15	73.49	16	0.71	1.44	1.8	6.38	0.18
A23	3	15	20	71.77	16.64	0.78	1.41	1.24	7.36	0.8
A24	3	15	25	70.17	17.08	0.75	1.37	1.24	8.68	0.71
A25	3	20	15	72.59	17.37	0.15	1.01	1.98	6.52	0.38
A26	3	20	20	70.39	17.2	0.7	1.33	1.81	7.68	0.89
A27	3	20	25	70.09	16.91	0.95	1.54	1.66	8.39	0.46
Promedio:				73.4	16.9	0.7	1.25	1.29	7.14	0.71
Valor Máximo:				79.08	18.48	1.02	1.54	1.98	8.68	0.94
Valor Mínimo:				70.09	13.43	0.12	0.83	0.85	4.6	0.18

En los resultados observados para las muestras anodizadas también se observa que el azufre presenta un valor promedio de 7.14 % en peso, siendo el valor máximo 8.68 y el mínimo 4.6 % en peso. La presencia de elementos como Al, Cu, Mg, Si y Mn se debe a que son los elementos aleantes principales que conforman el aluminio 2024-T3. El análisis EDS sobre la película de anodizado presenta que los elementos de mayor presencia son el Al, O y S, esto debido a que la película de oxido está formada en su gran mayoría por alúmina Al₂O₃.

La presencia de Azufre (S) en las muestras anodizadas se debe a que este está presente en el baño electrolítico de anodizado como H_2SO_4 y se incorpora en pequeñas cantidades a la película de anodizado muy seguramente como óxidos de azufre. La presencia de cobre Cu en la película de oxido disminuye considerablemente debido a que el mecanismo de picaduras de oxidación permite el desprendimiento de los precipitados de $CuAl_3$ de la superficie de la muestra anodizada, reduciendo considerablemente la presencia de este elemento; la discusión de este mecanismo se puede observar a mayor detalle en el punto 7.2.3 de este trabajo de tesis.

Este microanálisis de composición elemental también se desarrolló en zonas más específicas de las muestras anodizadas, como lo son los huecos debidos a las picaduras de oxidación presentes en la película de oxido, el microanálisis se llevo a cabo a diferentes magnificaciones dependiendo de las dimensiones de los huecos analizados y con un modo de microanálisis específico sobre el área central de los huecos como se muestra en la **figura 23**.

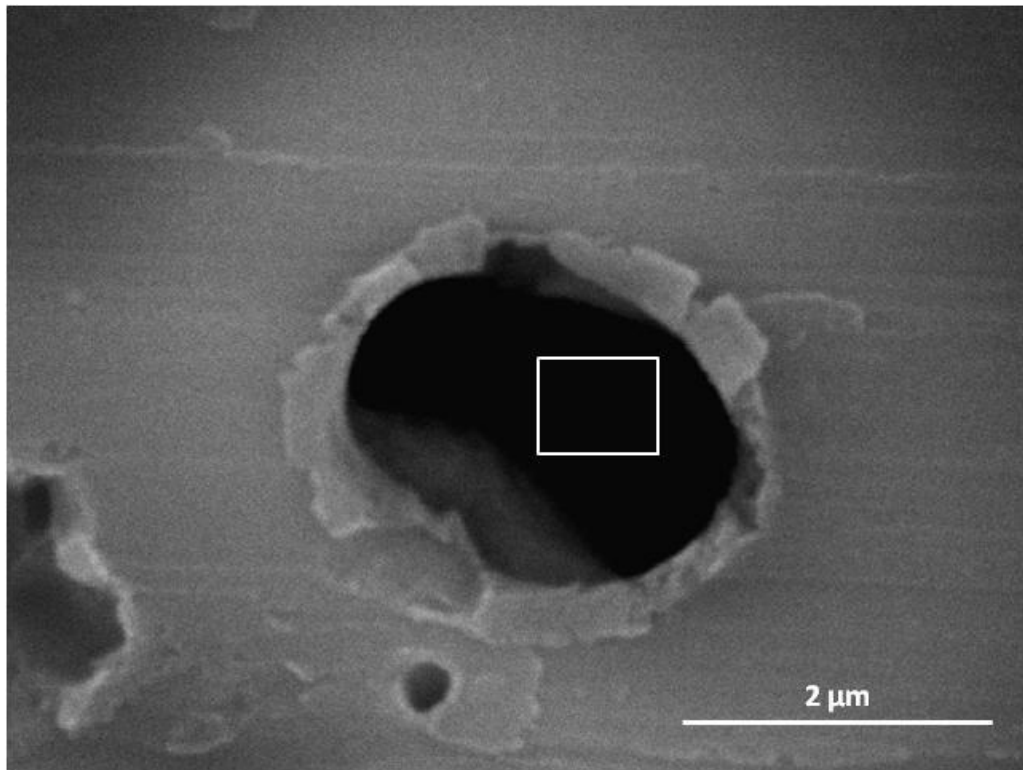


Figura 23. Análisis de composición elemental EDS sobre hueco de oxidación en un área específica.

En la **tabla 5** observamos la comparativa entre los valores de composición elemental promedio obtenidos del microanálisis EDS realizado en modo general reportados en la **tabla 4** y el promedio de los valores obtenidos en el microanálisis EDS en modo específico realizado sobre los huecos generados en la película de óxido debidos a las picaduras de oxidación.

Tabla 5. Comparativa de resultados de composición elemental EDS de muestras de aluminio 2024 anodizado, a) microanálisis en modo general sobre la superficie del aluminio anodizado y b) microanálisis en zona específica de los huecos de oxidación.

Composición elemental promedio EDS (% Peso)							
Elementos presentes en análisis EDS.	Al K	O K	Cu L	Mg K	Si K	S K	Mn K
a) Superficie de aluminio anodizado.	73.4	16.9	0.7	1.25	1.29	7.14	0.71
b) Huecos de oxidación de aluminio anodizado.	86.64	3.63	1.18	1.3	0.62	4.83	3.23

El % en peso del aluminio se incrementó de 73.4% obtenido en el análisis general sobre la superficie del aluminio anodizado a 86.64% reflejado en los huecos de oxidación analizados. De manera contraria, la presencia de oxígeno se redujo de 16.9 % en peso obtenido en el análisis general a 3.63 % en peso observado en los huecos de oxidación, esta reducción de valores corresponde al mecanismo de picaduras de oxidación, ya que estos lugares al ser ocupados por los precipitados de la aleación 2024-T3 sufren un proceso de oxidación más lento. Para el caso del cobre y manganeso se presentó un incremento en el % en peso del análisis general al específico, siendo este incremento de 0.7 a 1.18 % en peso para el cobre y para el manganeso paso de 0.71 a 3.23 % en peso y el azufre presentó una reducción de % en peso del análisis general al específico, pasando de 7.14% para el primer análisis a 4.83% en el segundo análisis, la variación de valores para Cu-Mn-S también es debida al mecanismo de oxidación por picaduras.

Estos cinco elementos fueron los que presentaron mayores cambios en el % en peso de un análisis a otro, el resto de los elementos presentes en la película de anodizado también presentaron cambios, en algunos casos incrementos y en otros reducciones, sin embargo estos cambios se consideraron menos significativos para el propósito de análisis de este trabajo de tesis. Con los resultados de composición elemental del microanálisis EDS tanto en modo general como en específico, se comprueba el desarrollo del mecanismo de picaduras de oxidación durante el proceso de anodizado.

7.5 Análisis por difracción de rayos X.

El análisis de difracción de rayos X se realizó utilizando la técnica de haz rasante, evaluando muestras que presentaran películas de oxido derivadas de anodizados a concentraciones de solución electrolítica de 1, 2 y 3 % en peso de ácido bórico, con condiciones de temperatura y voltaje iguales para las tres concentraciones. Los resultados obtenidos en este análisis se muestran en la **figura 24**, donde se observa el espectro de difracción de rayos X de las muestras analizadas.

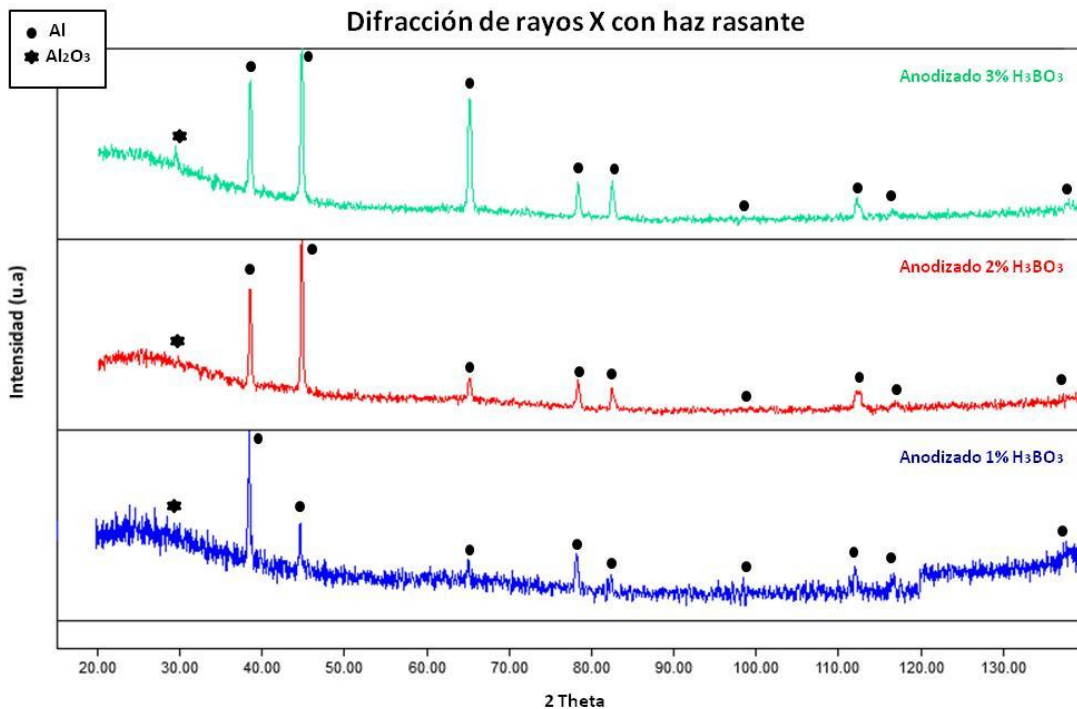


Figura 24. Espectro de difracción de rayos X en modo de haz rasante de muestras de aluminio 2024 anodizado a 1, 2 y 3 % en peso de H₃BO₃.

El difractograma muestra los picos de difracción clásicos del aluminio, los cuales son atribuibles al sustrato o material base y a la presencia de aluminio en la película de oxido en forma de Al₂O₃ principalmente. Estos picos característicos del aluminio estuvieron presentes en las tres muestras de anodizado analizadas, presentando únicamente ligeras diferencias en la magnitud de la intensidad. Los resultados también muestran la presencia del oxido de aluminio (Al₂O₃) en los tres tipos de soluciones electrolíticas de anodizado evaluadas, correspondiéndoles una estructura no cristalina, confirmando con esto la información obtenida de trabajos anteriores.

7.6 Análisis de Microdureza Knoop (HK).

Los resultados obtenidos del análisis de microdureza se presentan en la **tabla 6**, en la cual se observa la identificación de muestras analizadas, los parámetros de anodizado, la zona de lectura de las mediciones de microdureza y finalmente el valor numérico de microdureza en escala knoop (HK).

La zona de lectura donde se tomaron las mediciones de microdureza de las muestras con película de anodizado están conformada por tres diferentes zonas, la primera es el sustrato el cual corresponde únicamente al aluminio 2024-T3 sin película de anodizado. La segunda zona se denomina como anodizado y corresponde únicamente al área transversal de la película de oxido de aluminio, esta lectura no se pudo realizar en el total de muestras anodizadas debido a que el espesor de anodizado obtenido en algunas muestras es muy pequeño y el instrumento de medición no logró tomar medidas confiables en esta área tan reducida, como solución a esto se genero una tercera zona de lectura. La tercer zona se identificó como interface, que como su nombre lo dice corresponde a la interface existente entre aluminio y oxido de aluminio (interface metal/película), las mediciones se realizaron procurando siempre tomar la mayor área posible de película de oxido para poder tener una lectura más confiable y poder realizar la comparativa de microdurezas entre sustrato y película de oxido.

Las tres zonas de lectura de microdurezas se pueden observar más claramente en las **figuras 4, 5 y 6**, en las cuales se puede apreciar claramente el aluminio 2024-T3 que actúa como sustrato, la interface metal/película de oxido y la película de oxido de aluminio formada después de realizar el proceso de anodizado.

En la **figura 25** se muestra la grafica de adición de acido bórico contra la microdureza knoop (HK) de la película de anodizado y la microdureza promedio que presenta el sustrato de aluminio 2024-T3; se puede observar en la grafica la influencia que presenta sobre las microdurezas de película de anodizado la adición de acido bórico a la solución electrolítica de anodizado, teniendo como resultados que la mayor microdureza se obtiene con una adición de acido bórico del 3% en peso alcanzando un valor de 647 HK y el valor menor se obtuvo con una adición de 2% en peso de acido bórico con un valor de 526 HK, el valor de microdureza promedio para el sustrato de aluminio 2024-T3 fue de 400 HK.

Tabla 6. Resultados de lecturas de Microdureza Knoop (HK) de muestras anodizadas.

Muestra	Parámetros de Anodizado			Zona Lectura	Microdureza (HK)
	% H3BO3	Temperatura (°C)	Voltaje (V)		
A01	1	10	15	Interface	504.3
				Sustrato	420.5
A02	1	10	20	Interface	489.1
				Sustrato	387.5
A03	1	10	25	Interface	462.3
				Sustrato	367.1
A04	1	15	15	Interface	439
				Sustrato	362.7
A05	1	15	20	Anodizado	752.8
				Sustrato	363.6
A06	1	15	25	Anodizado	549.3
				Sustrato	360.3
A07	1	20	15	Anodizado	661.8
				Sustrato	413.3
A08	1	20	20	Anodizado	580.3
				Sustrato	341.7
A09	1	20	25	Anodizado	523.8
				Sustrato	342.9
A10	2	10	15	Interface	410.3
				Sustrato	399
A11	2	10	20	Interface	701.9
				Sustrato	396.3
A12	2	10	25	Anodizado	476.9
				Sustrato	451.1
A13	2	15	15	Interface	430.1
				Sustrato	418.3
A14	2	15	20	Anodizado	479.9
				Sustrato	470.2
A15	2	15	25	Anodizado	740.7
				Sustrato	364.9
A16	2	20	15	Anodizado	546.4
				Sustrato	349.1
A17	2	20	20	Anodizado	622.8
				Sustrato	323.3
A18	2	20	25	Anodizado	330.5
				Sustrato	382.9

Muestra	Parámetros de Anodizado			Zona Lectura	Microdureza (HK)
	% H3BO3	Temperatura (°C)	Voltaje (V)		
A19	3	10	15	Anodizado	306.5
				Sustrato	402.7
A20	3	10	20	Interface	735.9
				Sustrato	462.9
A21	3	10	25	Interface	702
				Sustrato	431.9
A22	3	15	15	Interface	584.6
				Sustrato	398.6
A23	3	15	20	Anodizado	320.8
				Sustrato	432.6
A24	3	15	25	Anodizado	1023.5
				Sustrato	425.3
A25	3	20	15	Anodizado	813.2
				Sustrato	454.1
A26	3	20	20	Anodizado	748
				Sustrato	397.9
A27	3	20	25	Anodizado	590.2
				Sustrato	386.4

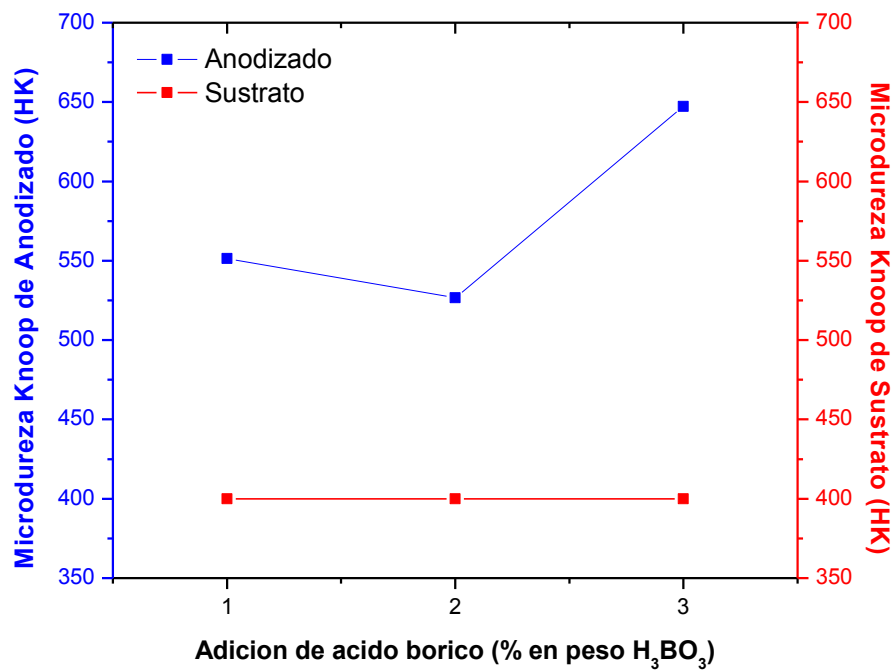


Figura 25. Grafica de adición de ácido bórico (% en peso H₃BO₃) contra microdureza knoop de película de anodizado y sustrato (HK).

La grafica de variación de temperatura contra la microdureza knoop (HK) de la película de anodizado y la microdureza promedio que presenta el sustrato de aluminio 2024-T3 se puede observar en la **figura 26**; en esta grafica se muestra la influencia que presenta sobre las microdurezas de película de anodizado obtenidas, la variación de temperatura de la solución electrolítica de anodizado, teniendo como resultados que la mayor microdureza se obtiene con una temperatura de 20°C alcanzando un valor promedio de 602 HK y el valor menor se obtuvo con una temperatura de 15°C presentando un valor de 509 HK, el valor de microdureza promedio para el sustrato de aluminio 2024-T3 fue de 400 HK.

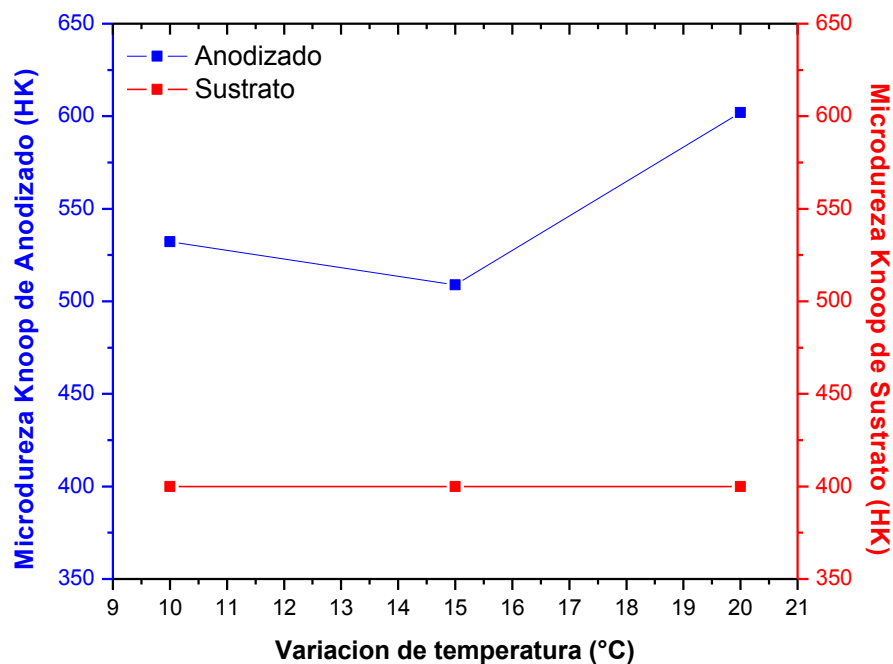


Figura 26. Grafica de variación de temperatura (°C) contra microdureza knoop de película de anodizado y sustrato (HK).

En la **figura 27** se muestra la grafica de variación de voltaje contra la microdureza knoop (HK) de la película de anodizado y la microdureza promedio que presenta el sustrato de aluminio 2024-T3; se puede observar en la grafica la influencia que presenta sobre las microdurezas de película de anodizado la variación de voltaje de anodizado, teniendo como resultados que la mayor microdureza se obtiene con un voltaje de 20 volts alcanzando un valor de microdureza 603.5 HK y el valor menor se obtuvo con un voltaje de anodizado de 15 volts presentando un valor de 522 HK, el valor de microdureza promedio para el sustrato de aluminio 2024-T3 fue de 400 HK.

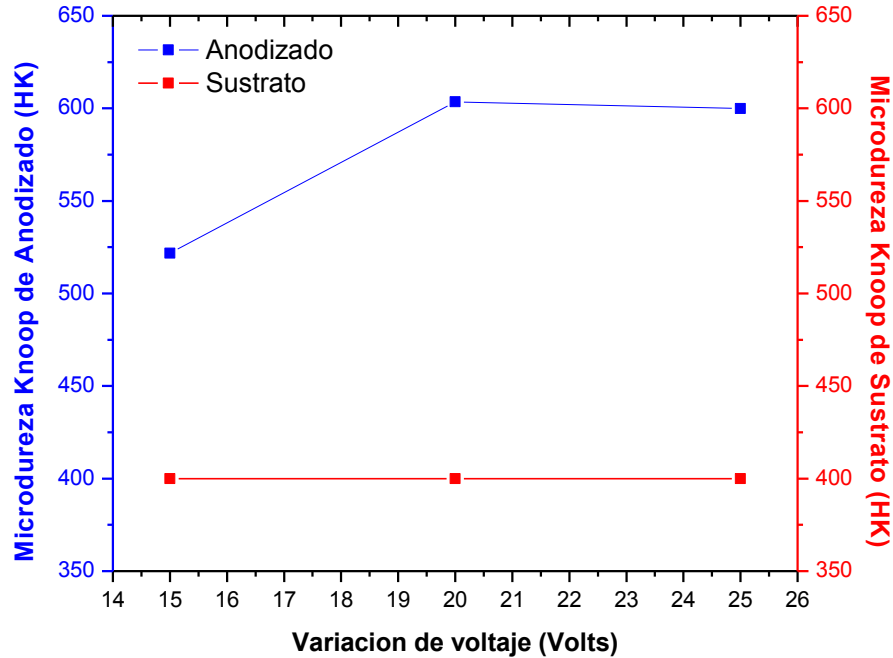


Figura 27. Grafica de variación de voltaje (volts) contra microdureza knoop de película de anodizado y sustrato (HK).

Los resultados del análisis de microdureza knoop de muestras anodizadas con combinación de ácidos sulfúrico – bórico muestran que esta propiedad es mejorada considerablemente al someter el aluminio 2024-T3 a este proceso, ya que en todos los casos la microdureza promedio de la película de óxido de aluminio supera la microdureza presentada por el sustrato. Con estos resultados observados podemos establecer que la microdureza alcanza sus valores más altos con adiciones de ácido bórico del 3% en peso, temperaturas de solución electrolítica de 20°C y voltajes de anodizado entre 20 y 25 volts.

El aumento de la microdureza de las piezas de aluminio 2024-T3 sometidas a proceso de anodizado puede ser provocado por la compactación que sufre la aleación al formar la película de óxido de aluminio, siendo esta mayor a la presentada por el sustrato de aluminio 2024-T3. Este aumento también puede estar relacionado con el espesor de película obtenido y el diámetro de nanoporos presentado; el mayor espesor de película de anodizado y el mayor diámetro de nanoporos se obtuvieron con una adición de ácido bórico de 3% en peso, por lo tanto, los valores mayores de microdureza son obtenidos con crecimientos de película de anodizado y diámetros de nanoporos mayores.

7.7 Análisis de Nanodureza.

Los resultados obtenidos del análisis de nanodureza se muestran en la **tabla 7**, en la cual se puede observar la identificación de las muestras analizadas, los parámetros de anodizado y las lecturas de nanodureza correspondiente a cada una de las muestras. En este análisis solamente se evaluaron un total de diez muestras, de las cuales la A00 corresponde a la muestra de aluminio 2024-T3 sin película de anodizado y el resto presentan película de anodizado a diferentes parámetros de concentración electrolítica, temperatura y voltaje. La selección de las muestras que presentan película de anodizado estuvo enfocada en analizar la influencia que presenta la variación de los parámetros de anodizado, esto es, como influye en la nanodureza de la película de oxido, la adición de ácido bórico en la solución electrolítica, la variación de temperatura y el voltaje de anodizado.

Tabla 7. Resultados de lecturas de Nanodureza (Gpa) y parámetros de anodizado de las muestras analizadas.

Muestra	Parámetros de Anodizado			Nanodureza H (Gpa)
	% H ₃ BO ₃	Temperatura (°C)	Voltaje (V)	
A00	N/A	N/A	N/A	1.6
A01	1	10	15	2.1
A06	1	15	25	1.7
A08	1	20	20	1.7
A10	2	10	15	3.9
A15	2	15	25	1.7
A17	2	20	20	1.6
A19	3	10	15	3.7
A24	3	15	25	2.3
A26	3	20	20	1.3

En la **figura 28** se muestra la grafica de adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado contra lecturas de nanodureza H presentada por las muestras con película de oxido y del sustrato de aluminio 2024-T3 sin anodizado. En la grafica se puede apreciar la influencia que presenta en las lecturas de nanodureza la adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado, se observa que conforme aumenta el % en peso de ácido bórico también aumenta la nanodureza de la película de oxido de aluminio de las muestras anodizadas; con estos resultados tenemos que el valor más alto de nanodureza se obtiene al adicionar un 3% en peso de ácido bórico alcanzando una lectura de 2.43 Gpa en promedio y el valor mínimo de nanodureza se obtuvo con una adición de 1% en peso de ácido bórico presentando una lectura de 1.83 Gpa en promedio.

En el grafico de la **figura 28** también podemos observar que las lecturas de nanodureza H obtenidas para las tres diferentes adiciones de ácido bórico superan en todos los casos el valor de nanodureza presentado por el sustrato de aluminio 2024-T3, obteniendo este un valor de lectura promedio de 1.6 Gpa. Con el análisis de estos datos podemos observar que la película de oxido de aluminio presenta una nanodureza mayor a la correspondiente al aluminio 2024-T3 sin proceso de anodizado y la cual aumenta conforme incrementamos la adición de ácido bórico en la solución electrolítica de anodizado.

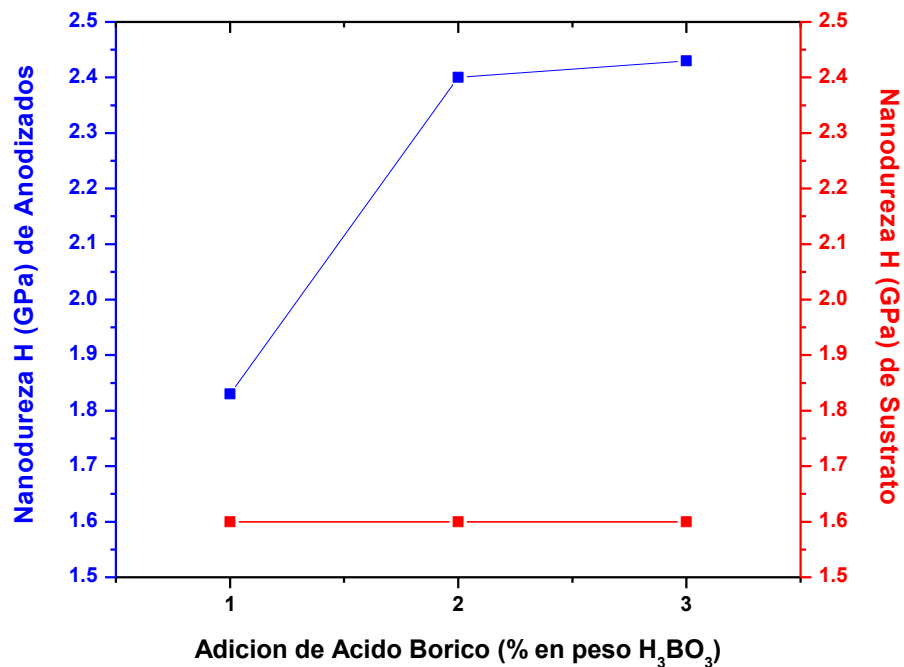


Figura 28. Grafica de adición de ácido bórico (% en peso H_3BO_3) contra nanodurezas H (Gpa) de muestras anodizadas y sustrato.

En la **figura 29** se muestra la grafica de temperatura de solución electrolítica de anodizado contra la nanodureza H de las muestras con película de oxido de aluminio, a diferentes adiciones de ácido bórico en la solución electrolítica. En esta grafica se muestra la influencia que presentan en la propiedad de nanodureza H las variaciones de la temperatura de solución electrolítica de anodizado, se puede observar que conforme aumenta la temperatura de solución electrolítica la nanodureza de la película de oxido disminuye, siendo el mismo comportamiento para cada una de las tres diferentes adiciones de ácido bórico; con estos datos tenemos que los valores mayores de nanodureza se obtienen a una temperatura de $10^{\circ}C$ para las tres adiciones de 1%, 2% y 3% en peso de ácido bórico y las lecturas menores se presentan a una temperatura de $20^{\circ}C$.

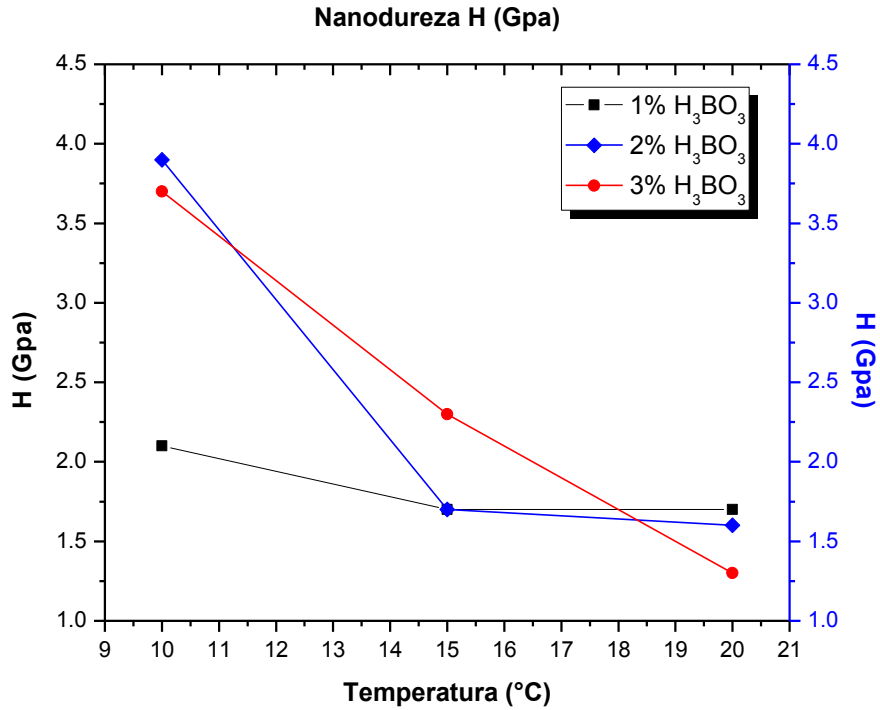


Figura 29. Grafica de nanodurezas (Gpa) de muestras anodizadas a concentración electrolítica (de 1 a 3 % en peso de H₃BO₃) y temperatura (de 10 a 20 °C) variable.

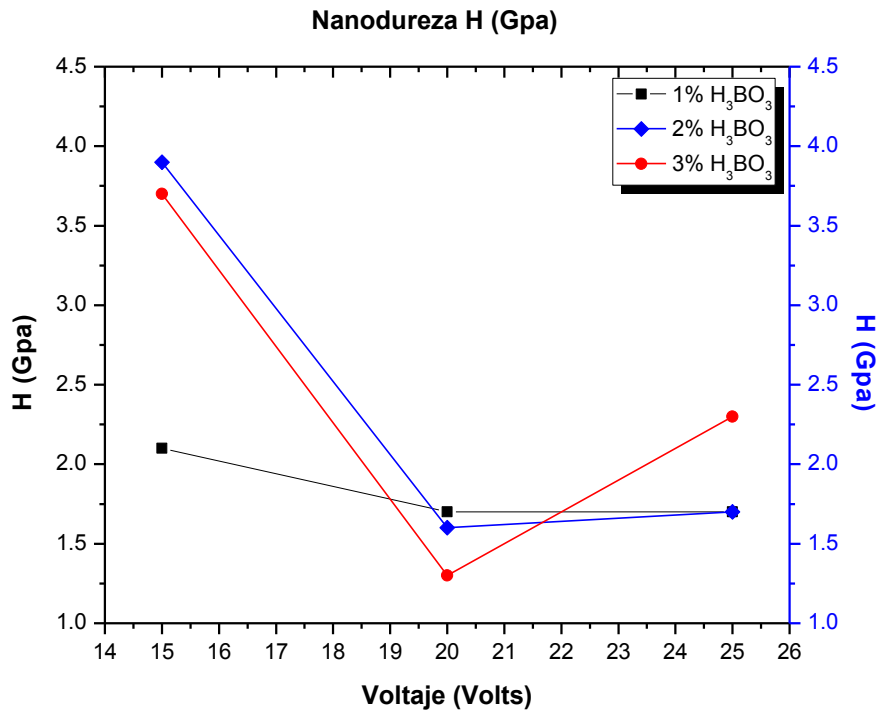


Figura 30. Grafica de nanodurezas (Gpa) de muestras anodizadas a concentración electrolítica (de 1 a 3 % en peso de H₃BO₃) y voltaje (de 15 a 25 volts) variable.

La **figura 30** presenta la grafica de voltaje de anodizado contra la nanodureza H de las muestras con película de oxido de aluminio, a diferentes adiciones de acido bórico en la solución electrolítica de anodizado. En esta grafica se muestra la influencia que presenta en la propiedad de nanodureza H la variación de voltaje de anodizado, se puede observar que los valores mayores de nanodureza se obtienen a un voltaje de anodizado de 15 volts, posteriormente para 20 volts de anodizado se obtienen los valores mínimos y finalmente la nanodureza se vuelve a incrementar levemente para voltajes de anodizado de 25 volts, siendo el mismo comportamiento para cada una de las tres diferentes adiciones de acido bórico.

Los resultados muestran que el proceso de anodizado de aluminio 2024-T3 con combinación de acido sulfúrico - bórico mejora la propiedad de nanodureza desarrollada sobre la superficie de película de oxido de las piezas anodizadas en comparación con las piezas de aluminio 2024-T3 sin película de oxido. El incremento de la adición de acido bórico a la solución electrolítica de anodizado aumenta la nanodureza de la película de oxido obtenida, por el contrario, el aumento de la temperatura de solución electrolítica disminuye la nanodureza de la película de oxido y los valores mayores de nanodureza se obtienen con los voltajes de anodizado mínimos utilizados en este proyecto.

7.8 Análisis de modulo de elasticidad.

Los resultados obtenidos del análisis de modulo de elasticidad realizado a las muestras de aluminio anodizado se muestran en la **tabla 8**, donde se observa la identificación de las muestras analizadas, los parámetros de anodizado a los cuales fueron sometidas estas muestras y finalmente el resultado de las lecturas de modulo de elasticidad correspondiente a cada una de ellas.

Para este análisis únicamente se tomaron mediciones de modulo de elasticidad a un total de diez muestras, de las cuales la muestra A00 corresponde al aluminio 2024-T3 sin película de anodizado y el resto de ellas presentan película de anodizado a diferentes parámetros de concentración electrolítica, temperatura y voltaje. La selección de las muestras que presentan película de anodizado estuvo enfocada en analizar la influencia que presenta la variación de los parámetros de anodizado, esto es, como influye la variación de concentración electrolítica, temperatura y voltaje de anodizado en el modulo de elasticidad presentado por las muestras.

Tabla 8. Resultados de lecturas de Modulo de Elasticidad (Gpa) y parámetros de anodizado de las muestras analizadas.

Muestra	Parámetros de Anodizado			Modulo de Elasticidad E (Gpa)
	% H3BO3	Temperatura (°C)	Voltaje (V)	
A00	N/A	N/A	N/A	63.8
A01	1	10	15	49.6
A06	1	15	25	35.2
A08	1	20	20	33.5
A10	2	10	15	70.4
A15	2	15	25	34.7
A17	2	20	20	40.7
A19	3	10	15	68.9
A24	3	15	25	40.2
A26	3	20	20	31.8

En la **figura 31** se muestra la grafica de adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado contra el promedio de lecturas de modulo de elasticidad E presentada por las muestras con película de oxido y del sustrato de aluminio 2024-T3 sin anodizado. En la grafica se puede apreciar la influencia que presenta en las lecturas de modulo de elasticidad la adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado, se observa que el valor mayor se obtiene al adicionar un 2% en peso de ácido bórico alcanzando una lectura de 48.6 Gpa en promedio, seguido por la lectura de 47 Gpa obtenida con una adición de 3% en peso de ácido bórico y el valor mínimo de modulo de elasticidad se obtuvo con una adición de 1% en peso de ácido bórico presentando una lectura de 39.4 Gpa en promedio.

En el grafico de la **figura 31** también podemos observar que las lecturas promedio de modulo de elasticidad E obtenidas para las tres diferentes adiciones de ácido bórico no logran superar en ninguno de los casos el valor de modulo de elasticidad presentado por el sustrato de aluminio 2024-T3, obteniendo este un valor de lectura promedio de 63.8 Gpa. Es importante observar en la **tabla 8** los resultados de manera individual, se puede apreciar que las muestras identificadas como A10 y A19 si logran superar el valor de modulo de elasticidad presentado por el aluminio 2024-T3, logrando un valor de 70.4 y 68.9 Gpa respectivamente; los parámetros de anodizado para estas muestras fueron de 2 y 3% en peso de adición de ácido bórico, temperatura de baño electrolítico de 10°C y voltaje de anodizado de 15 volts, comprobando con esto que existe una tendencia de aumento del modulo de elasticidad conforme aumentamos el contenido de ácido bórico.

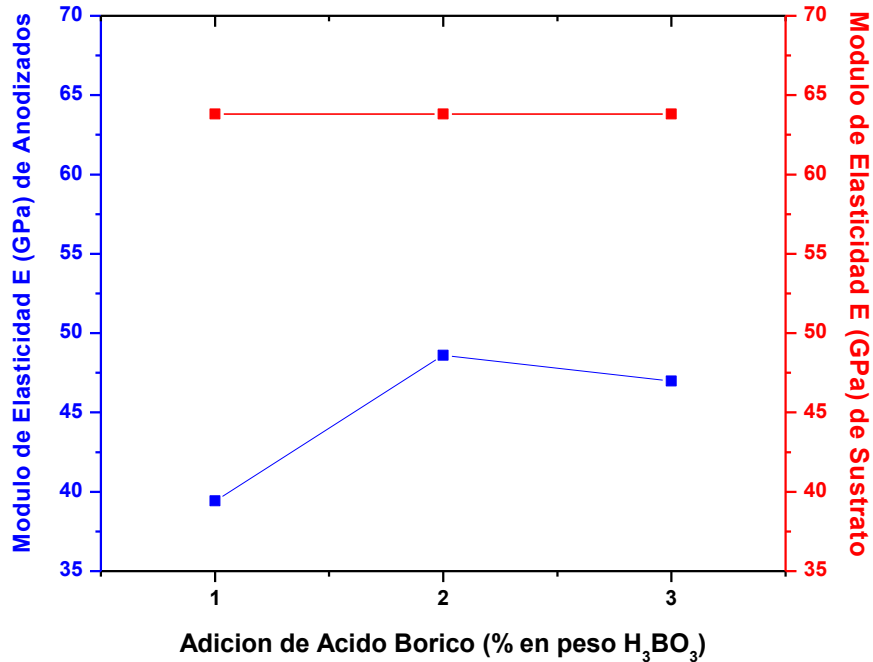


Figura 31. Grafica de adición de ácido bórico (% en peso H_3BO_3) contra módulo de elasticidad E (Gpa) de muestras anodizadas y sustrato.

En la **figura 32** se muestra la grafica de temperatura de solución electrolítica de anodizado contra el modulo de elasticidad E de las muestras con película de oxido de aluminio, a diferentes adiciones de ácido bórico en la solución electrolítica.

En esta grafica se muestra la influencia que presentan en la propiedad de modulo de elasticidad E las variaciones de la temperatura de solución electrolítica de anodizado, se puede observar que conforme aumenta la temperatura de solución electrolítica el modulo de elasticidad de la película de oxido disminuye, correspondiendo este comportamiento para las adiciones de ácido bórico de 1% y 3% en peso de ácido bórico; el comportamiento a 2% en peso de ácido bórico presenta una pequeña variación, ya que al pasar de 15 a 20 °C el modulo de elasticidad aumenta un poco, sin embargo, los valores más altos de modulo de elasticidad se continúan presentando a una temperatura de 10°C para cada una de las adiciones de ácido bórico.

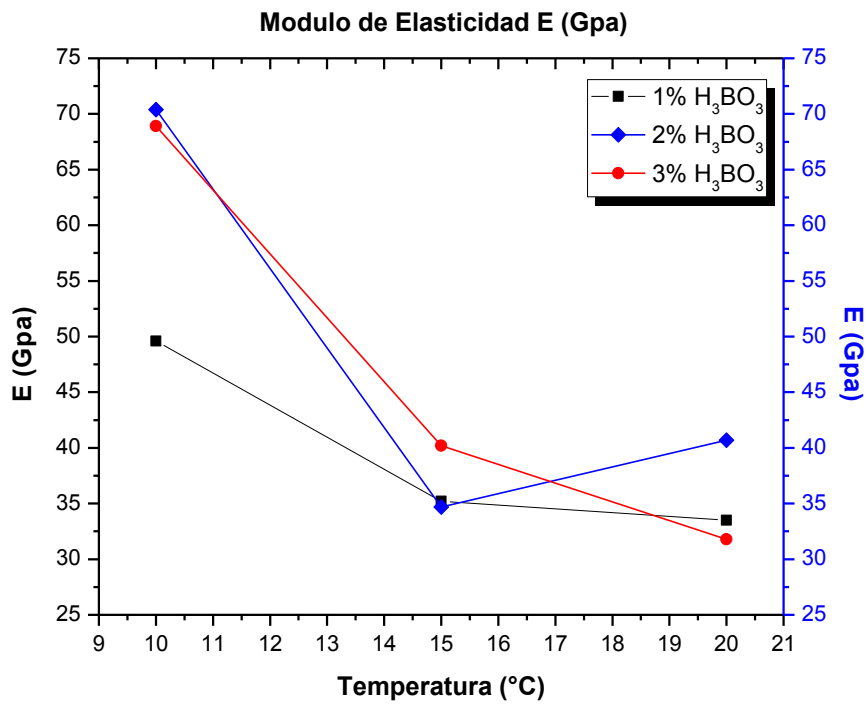


Figura 32. Grafica de modulo de elasticidad (Gpa) de muestras anodizadas a concentración electrolítica (1 a 3 % en peso de H₃BO₃) y temperatura (10 a 20 °C).

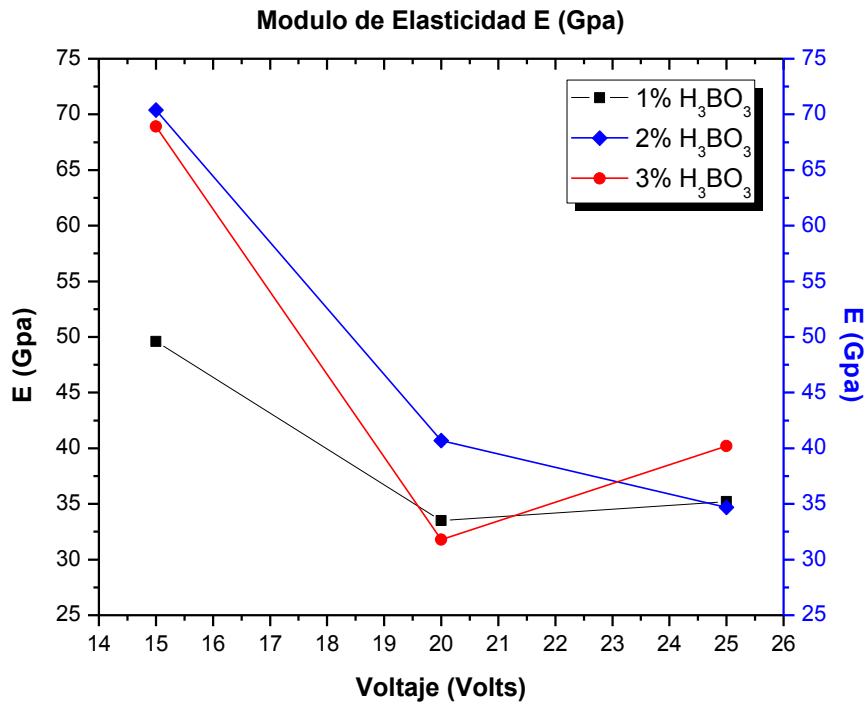


Figura 33. Grafica de modulo de elasticidad (Gpa) de muestras anodizadas a concentración electrolítica (de 1 a 3 % en peso de H₃BO₃) y voltaje (de 15 a 25 volts).

En la **figura 33** se muestra la grafica de voltaje de anodizado contra el modulo de elasticidad E de las muestras con película de oxido de aluminio, a diferentes adiciones de acido bórico en la solución electrolítica. En esta grafica se muestra la influencia del aumento de voltaje de anodizado sobre el modulo de elasticidad para cada una de las concentraciones electrolíticas presentadas, para el anodizado a 2% de acido bórico se observa que el valor de modulo de elasticidad disminuye conforme aumenta el voltaje de anodizado; el comportamiento grafico para una adición de 1% y 3% en peso de acido bórico presenta una pequeña variación, ya que al pasar de 20 a 25 volts el modulo de elasticidad aumenta un poco, a pesar de eso, los valores de modulo de elasticidad mayores se siguen presentando a un voltaje de anodizado de 15 volts para cada una de las adiciones de acido bórico.

El análisis individual de los resultados muestran que el proceso de anodizado de aluminio 2024-T3 con combinación de acido sulfúrico - bórico incrementa la propiedad de modulo de elasticidad desarrollada sobre la superficie de película de oxido de las piezas anodizadas conforme se adiciona acido bórico a la solución electrolítica de anodizado, esto es, el incremento de la adición de acido bórico a la solución electrolítica de anodizado aumenta el modulo de elasticidad de la película de oxido presentando los mejores valores en adiciones de 2 a 3 % en peso de acido bórico, por lo contrario, el aumento de la temperatura de solución electrolítica y voltaje de anodizado tienden a disminuir el modulo de elasticidad presentando los mejores resultados a 10°C y 15 volts respectivamente.

7.9 Análisis de rugosidad media.

El análisis de rugosidad media de las superficies de aluminio 2024-T3 y de las muestras con película de oxido de aluminio se realizó por medio de microscopia de fuerza atómica, con lo cual se obtuvieron valores de rugosidad media superficial e imágenes de morfología superficial de las muestras analizadas con las cuales se evaluó la longitud entre el punto máximo y el mínimo, sobre el eje Z perpendicular a la superficie de las muestras. Los resultados obtenidos de este análisis se muestran en la **tabla 9**, donde se puede observar la identificación de las muestras analizadas, los parámetros de anodizado a los cuales fueron sometidas las muestras, los valores de longitud Z y las lecturas de rugosidad media presentado por cada una de las muestras. Los resultados observados muestran como las mediciones de longitud Z están directamente relacionadas con los valores de rugosidad media, ya que el incremento de una de estas características provoca un incremento en la otra y viceversa,

como se puede apreciar en los gráficos de resultados presentados posteriormente.

Tabla 9. Resultados de análisis de rugosidad media y mediciones de longitud Z.

Muestra	Parámetros de Anodizado			Longitud Z (μm)	Rugosidad Media Ra (nm)
	% H3BO3	Temperatura (°C)	Voltaje (V)		
A00	N/A	N/A	N/A	1.47	194.3
A01	1	10	15	0.61	58.3
A02	1	10	20	0.52	80
A03	1	10	25	0.76	122.1
A04	1	15	15	0.59	74.1
A05	1	15	20	0.65	89.3
A06	1	15	25	0.52	73.5
A07	1	20	15	0.56	59.2
A08	1	20	20	0.71	139.3
A09	1	20	25	0.74	139
A10	2	10	15	0.42	45.9
A11	2	10	20	0.69	106.5
A12	2	10	25	0.81	110.2
A13	2	15	15	0.82	128.7
A14	2	15	20	0.64	105.9
A15	2	15	25	0.80	150.5
A16	2	20	15	0.70	100.1
A17	2	20	20	0.82	116.9
A18	2	20	25	0.76	95.2
A19	3	10	15	0.81	117
A20	3	10	20	0.62	82.1
A21	3	10	25	0.89	139.3
A22	3	15	15	0.82	97.3
A23	3	15	20	0.94	151.1
A24	3	15	25	0.82	118.3
A25	3	20	15	0.79	123.8
A26	3	20	20	0.84	153
A27	3	20	25	0.94	156.7

En la **figura 34** se muestran las imágenes de microscopía de fuerza atómica donde se puede apreciar la morfología y la lectura de longitud Z entre punto máximo y mínimo, la imagen a) muestra la superficie del aluminio 2024-T3 sin proceso de anodizado, la cual presenta una morfología con mayor irregularidad en comparación con las demás

muestras. Las imágenes b), c) y d) muestran las superficies del aluminio 2024-T3 anodizados a una concentración electrolítica de 1%, 2% y 3% respectivamente, temperatura de 20°C y 25 volts, en los tres casos se puede observar que la superficie continua conservando una morfología irregular, presentando los desniveles de superficie causados por la preparación metalográfica a la que las muestras son sometidas antes del proceso de anodizado. Sin embargo, se aprecia que esta morfología irregular es disminuida por la película de oxido de aluminio en comparación con la muestra que no presenta proceso de anodizado, esta reducción en la irregularidad de la morfología está relacionada con la disminución de la longitud Z que se presenta después del anodizado.

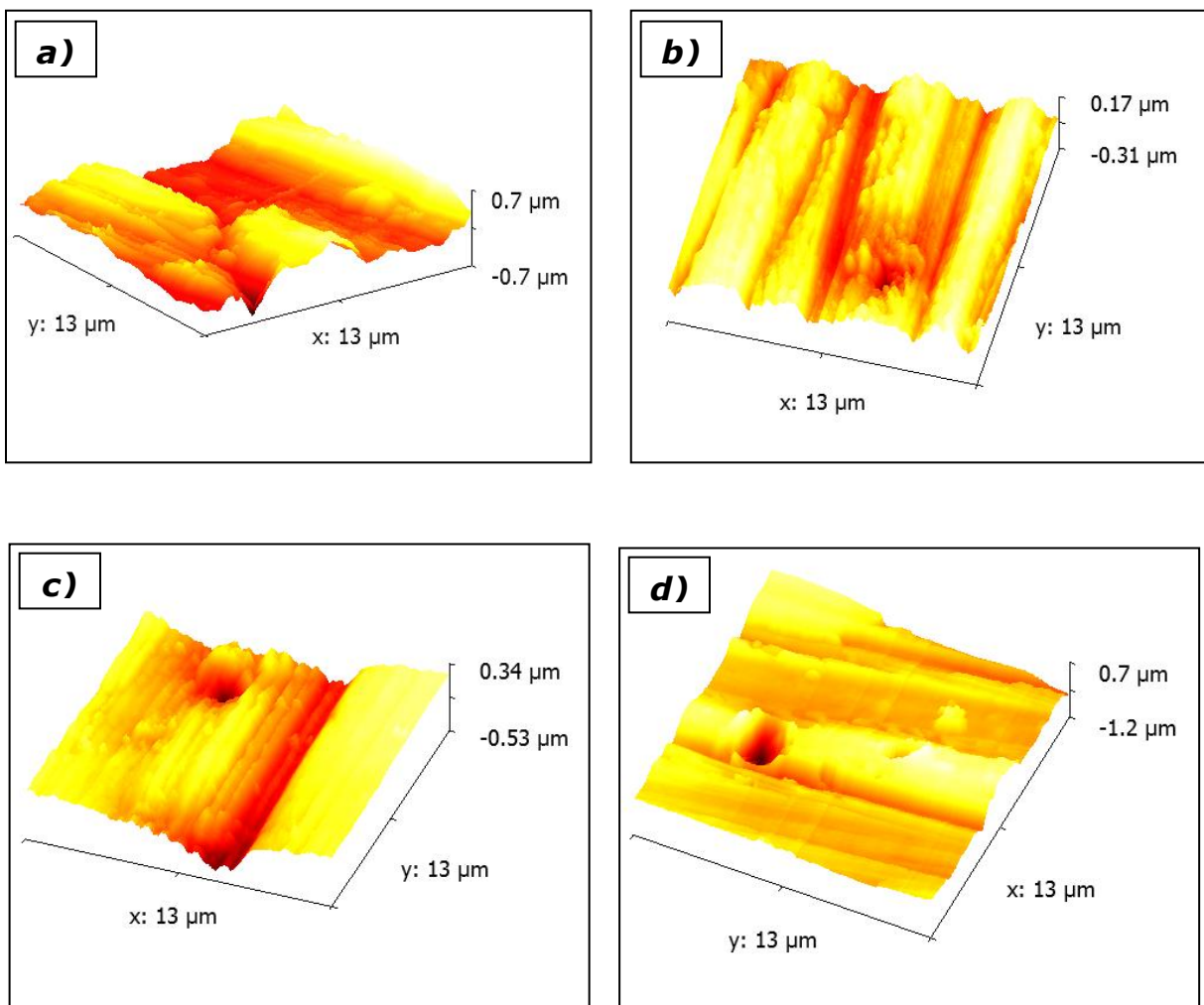


Figura 34. Imágenes AFM de superficie de aluminio 2024-T3 a) sin película de anodizado; b) anodizado a 1% H₃BO₃, 20°C y 25 volts; c) anodizado a 2% H₃BO₃, 20°C y 25 volts; d) anodizado a 3% H₃BO₃, 20°C y 25 volts.

En la **figura 35** se muestran las graficas de la influencia que presenta la adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado sobre la rugosidad media Ra y la longitud Z de las muestras anodizadas. Se puede observar en la grafica a) que la adición de ácido bórico provoca un incremento en la rugosidad media Ra, este comportamiento también se observa en la grafica b) en la cual para mayor adición de ácido bórico se presenta un incremento de longitud Z. Con estos gráficos observamos que los valores más bajos de rugosidad media Ra y longitud Z se presentan con una adición de 1% en peso de ácido bórico y los valores más altos se observan para una adición del 3% en peso. Es importante destacar que para los tres casos de adición de ácido bórico de las muestras anodizadas, se logró reducir de manera importante la rugosidad media Ra y longitud Z en comparación con la muestra de aluminio 2024-T3 sin anodizado, denominada en la grafica como sustrato.

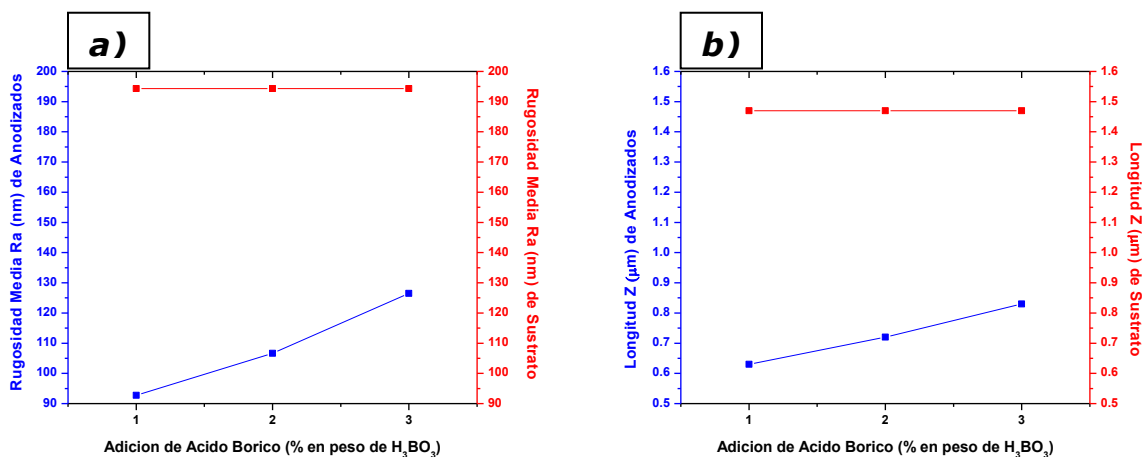


Figura 35. Graficas de adición de ácido bórico (%en peso de H₃BO₃) contra a) rugosidad media Ra (nm) y b) longitud Z (µm).

En la **figura 36** se muestran las graficas de la influencia que presenta la variación de temperatura de la solución electrolítica de anodizado sobre la rugosidad media Ra y la longitud Z de las muestras anodizadas. Se puede observar en la grafica a) que el aumento de la temperatura de solución provoca un incremento en la rugosidad media Ra, este comportamiento también se observa en la grafica b) en la cual para mayor temperatura de solución se presenta un incremento de longitud Z. Con estos gráficos observamos que los valores más bajos de rugosidad media Ra y longitud Z se presentan a una temperatura de 10°C y los valores más altos se observan para una temperatura de 20°C. Es importante destacar que para las tres diferentes temperaturas de solución electrolítica de anodizado, se logró reducir de manera importante la rugosidad media Ra y longitud Z en comparación con la muestra de aluminio 2024-T3 sin película de anodizado, denominada en la grafica como sustrato.

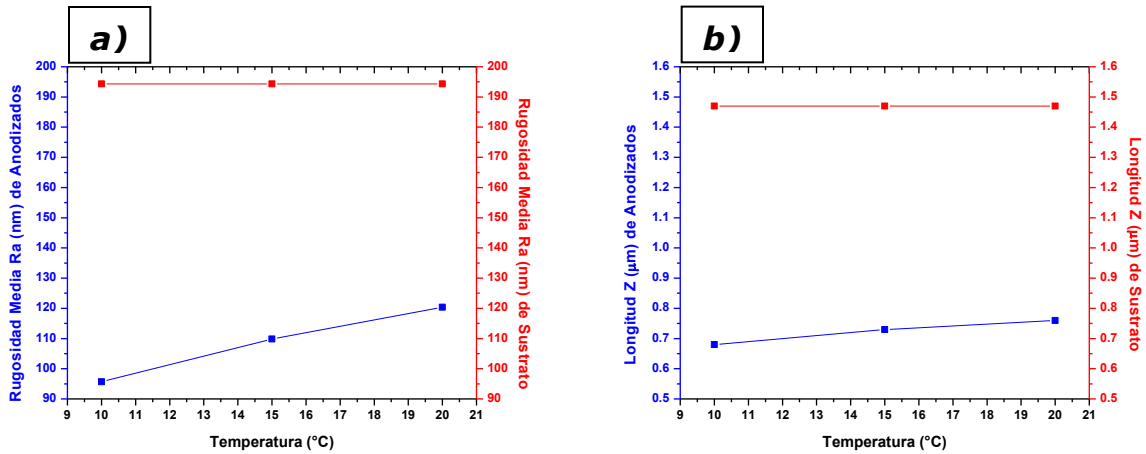


Figura 36. Graficas de temperatura (°C) contra a) rugosidad media Ra (nm) y b) longitud Z (μm).

En la **figura 37** se muestran las graficas de la influencia que presenta la variación de voltaje de anodizado sobre la rugosidad media Ra y la longitud Z de las muestras anodizadas. Se puede observar en la grafica a) que el aumento de voltaje de anodizado provoca un incremento en la rugosidad media Ra, este comportamiento también se observa en la grafica b) en la cual para mayor voltaje se presenta un incremento de longitud Z. Con estos gráficos observamos que los valores más bajos de rugosidad media Ra y longitud Z se presentan a un voltaje de anodizado de 15 volts y los valores más altos se observan a 25 volts. Es importante destacar que para los tres diferentes voltajes de anodizado, se logró reducir de manera importante la rugosidad media Ra y longitud Z en comparación con la muestra de aluminio 2024-T3 sin película de anodizado, denominada en la grafica como sustrato.

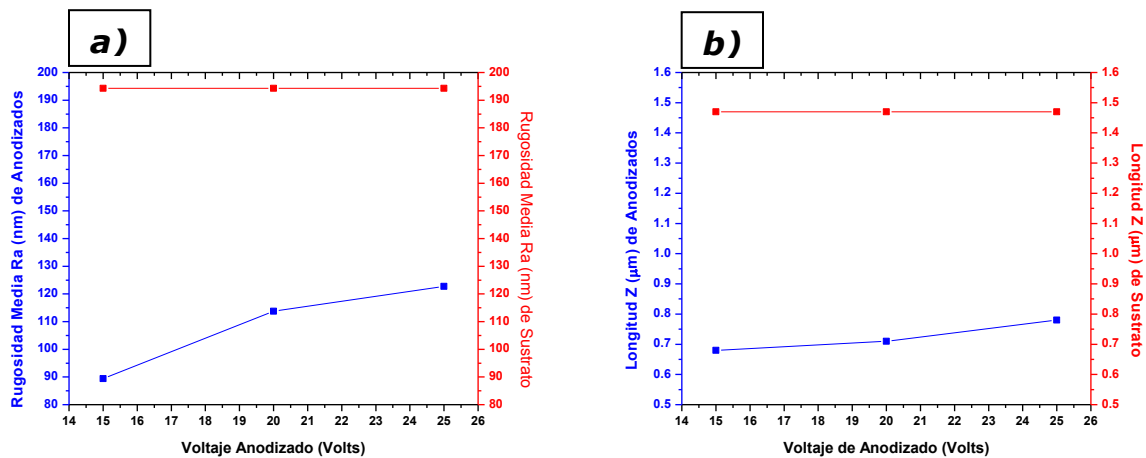


Figura 37. Graficas de voltaje de anodizado (volts) contra a) rugosidad media Ra (nm) y b) longitud Z (μm).

Los resultados presentados en el presente análisis demuestran la relación directa existente entre la rugosidad media Ra y la longitud Z, ya que se logró observar claramente que obteniendo valores de longitud Z grandes también obtendremos valores de rugosidad media Ra grandes y con valores de longitud Z bajos se observarían niveles de rugosidad media Ra altos. Los mejores resultados de rugosidad media Ra de las muestras de aluminio 2024-T3 anodizado se lograron con valores de adición de ácido bórico, temperatura de solución electrolítica y voltaje de anodizado más bajos. Finalmente, tenemos que con estos resultados podemos comprobar que el anodizado de aluminio 2024-T3 con solución de ácido sulfúrico – bórico reduce la rugosidad media Ra de la superficie del aluminio 2024-T3.

7.10 Análisis de poros de anodizado.

El análisis por microscopía electrónica de barrido de emisión de campo de los poros de anodizado presentes en la superficie de la película de óxido se realizó únicamente a nueve de las muestras anodizadas, las cuales fueron seleccionadas detalladamente para lograr analizar la influencia de la variación de los parámetros de anodizado sobre el diámetro de poros obtenido para cada una de las muestras anodizadas.

En la **figura 38** se pueden observar las imágenes de los poros presentes en las películas de anodizado obtenidas a diferentes parámetros de adición de ácido bórico, temperatura de solución electrolítica y voltaje de anodizado. Las imágenes presentan diferentes ampliaciones que van desde los 35,000x hasta 100,000x, en estas se pueden apreciar además de los poros de anodizado, las picaduras de oxidación generados en la interface aluminio/película y los cuales afectan la morfología de la película de anodizado; además, se puede apreciar que los poros de anodizado se encuentran alineados, siguiendo como patrón de dirección las líneas de acabado superficial del aluminio 2024-T3 antes del proceso de anodizado obtenido por la preparación metalográfica. Estas imágenes a altas ampliaciones nos permiten observar con mayor detalle la morfología de cada uno de los poros de anodizado, en forma particular cada poro presenta una morfología tipo hexagonal, separando un poro de otro por una pared de óxido de aluminio con espesor del orden de nanómetros. En forma general el conjunto de poros presenta la morfología típica de anodizados de aluminio con solución electrolítica de ácido sulfúrico, la cual es conocida como panal de abejas.

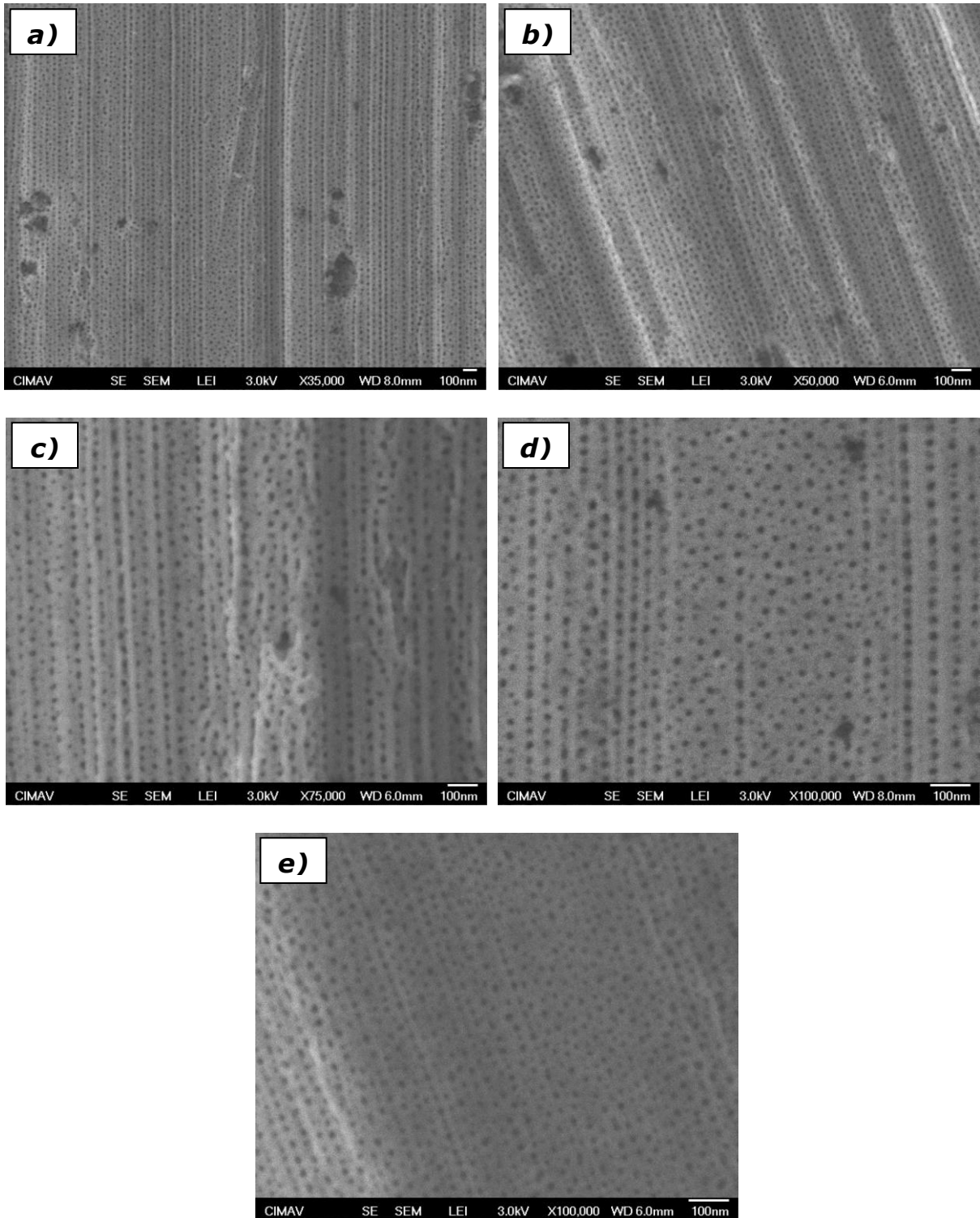


Figura 38. Imágenes de poros de anodizado presentes en película de óxido de aluminio de muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas a) 2% en peso de H_3BO_3 , temperatura de 15°C y voltaje de 20 volts; b) 3% en peso de H_3BO_3 , temperatura de 10°C y voltaje de 15 volts; c) 3% en peso de H_3BO_3 , temperatura de 10°C y voltaje de 25 volts; d) 2% en peso de H_3BO_3 , temperatura de 15°C y voltaje de 20 volts; e) 3% en peso de H_3BO_3 , temperatura de 10°C y voltaje de 15 volts.

Los resultados de las mediciones del diámetro que presentan los poros de anodizado se muestran en la **tabla 10**, donde se puede observar la identificación de las nueve muestras de aluminio anodizado evaluadas, los parámetros a los que fueron anodizadas y las lecturas de las mediciones de diámetros de poros de las mismas.

Tabla 10. Lecturas de diámetro de poros de película de anodizado y parámetros de proceso de anodizado.

Muestra	Parámetros de Anodizado			Diámetro Poros (nm)
	% H ₃ BO ₃	Temperatura (°C)	Voltaje (V)	
A05	1	15	20	15.80
A10	2	10	15	16.73
A13	2	15	15	18.88
A14	2	15	20	18.78
A16	2	20	15	16.18
A19	3	10	15	17.84
A20	3	10	20	18.24
A21	3	10	25	21.25
A23	3	15	20	20.95

En la **figura 39** se observa la grafica de diámetro de nanoporos de la película de oxido contra adición de acido bórico en % en peso de H₃BO₃ a una temperatura de solución electrolítica y voltaje de anodizado constantes. El análisis de la grafica muestra la influencia que presenta la variación de la concentración electrolítica de anodizado en el valor de diámetros de nanoporos obtenidos, el incremento de % en peso de H₃BO₃ provoca un aumento de diámetro de dichos nanoporos, con lo cual el valor mínimo se obtiene con la concentración electrolítica de 1% en peso de H₃BO₃, seguido por el valor obtenido a 2% en peso de H₃BO₃ y finalmente el valor máximo se obtuvo a 3% en peso de H₃BO₃. Con estos resultados observamos que al aumentar la concentración de baño electrolítico también se logra aumentar la dimensión del diámetro de los poros presentes en la película de anodizado.

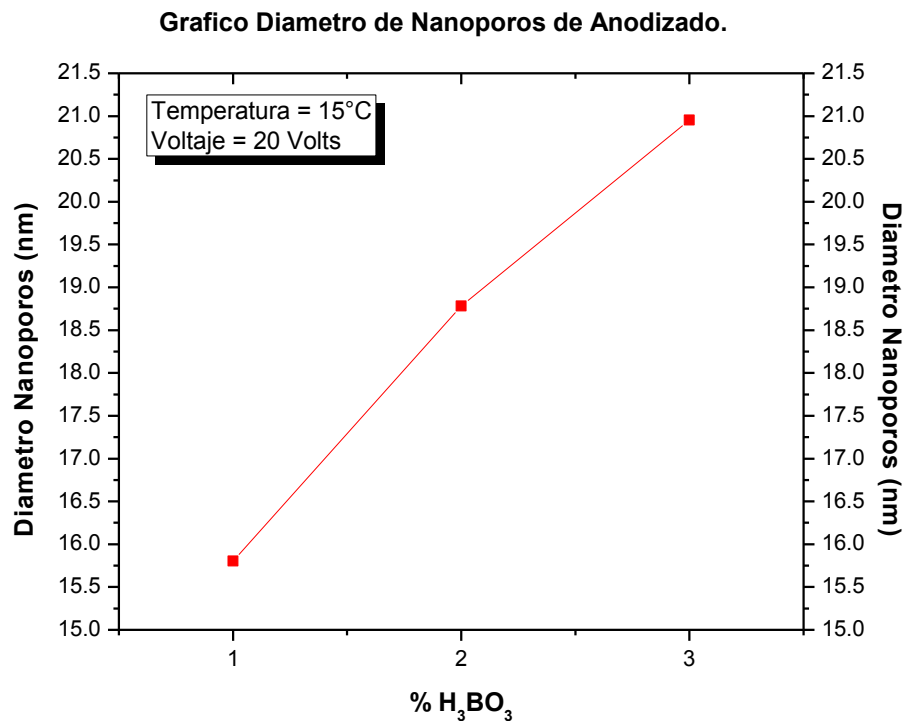


Figura 39. Grafica de diámetros de nanoporos de muestras anodizadas a temperatura y voltaje constantes, a diferentes concentraciones electrolíticas.

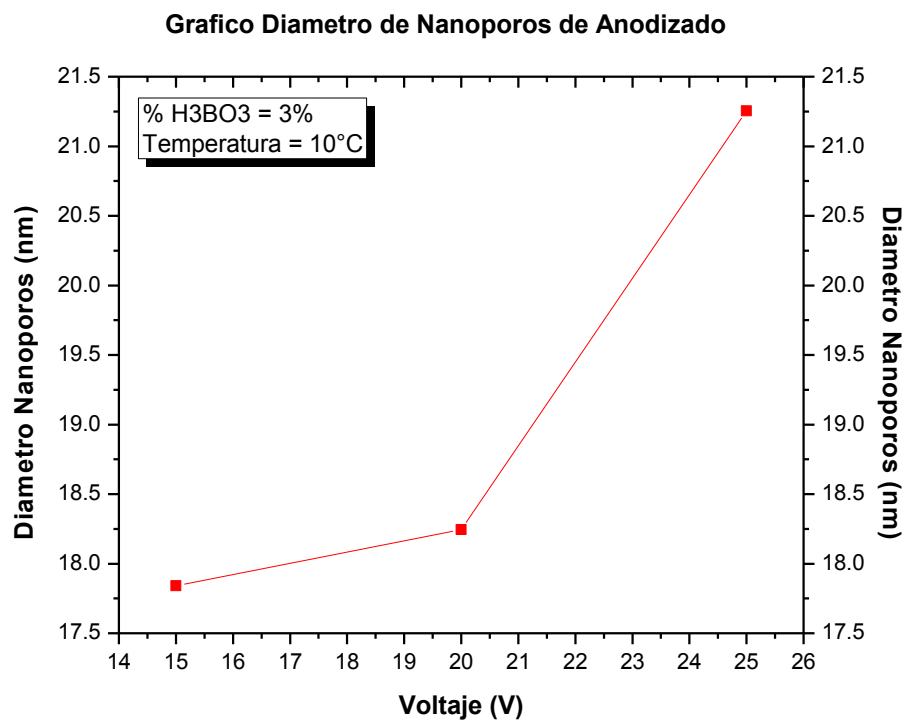


Figura 40. Grafica de diámetros de nanoporos de muestras anodizadas a temperatura y concentración electrolítica constantes, a diferentes voltajes de anodizado.

La **figura 40** muestra la grafica de diámetro de nanoporos de la película de oxido contra voltaje de anodizado a una concentración y temperatura de solución electrolítica constante. El análisis de esta grafica muestra la influencia que presenta la variación del voltaje de anodizado en el valor de diámetros de poros obtenidos. El valor mínimo de diámetro de poros se obtuvo con 15 volts de anodizado, seguido por el valor obtenido a 20 volts y finalmente el valor máximo se obtuvo a 25 volts. Con estos resultados obtenemos que al aumentar el voltaje de anodizado también se logra aumentar la dimensión del diámetro de los poros presentes en la película de anodizado.

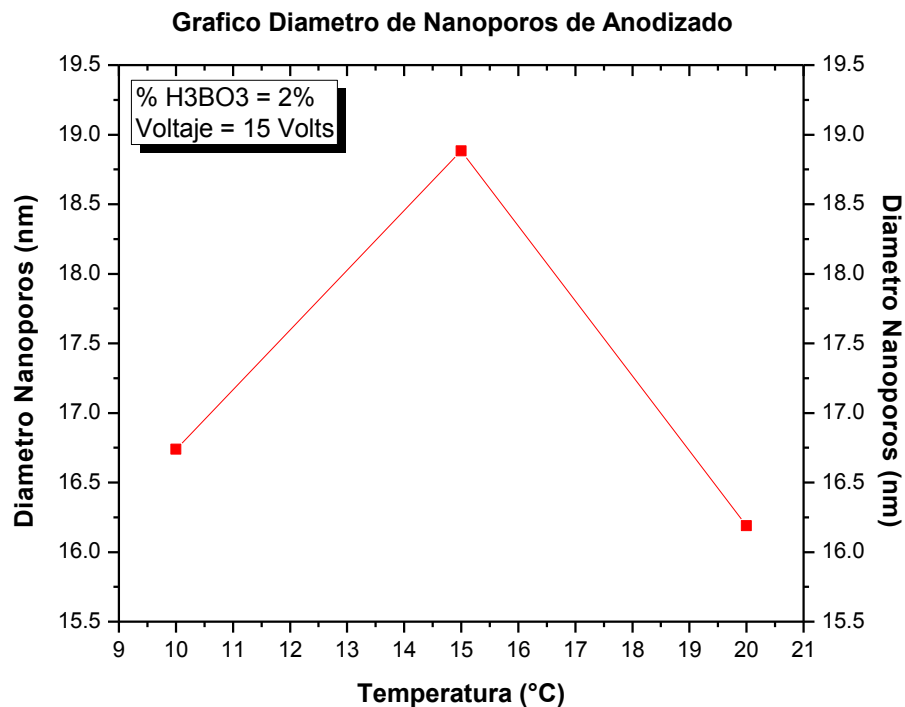


Figura 41. Grafica de diámetros de nanoporos de muestras anodizadas a concentración electrolítica y voltaje constantes, a diferentes temperaturas.

La **figura 41** muestra la grafica de diámetro de nanoporos de la película de oxido contra temperatura de solución electrolítica de anodizado a una concentración y temperatura de solución electrolítica constante. El análisis de esta grafica muestra la influencia que presenta la variación de la temperatura de anodizado en el valor de diámetros de poros. La lectura mínima de diámetro de poros de anodizado se obtuvo a una temperatura de 20°C, seguido por el valor obtenido a 10°C y finalmente el valor máximo se obtuvo a 15°C. En la grafica se puede observar claramente que no existe un patrón de aumento o disminución sucesivo del diámetro de poros, conforme aumenta o disminuye la temperatura de anodizado, siendo este el único caso que no presenta este comportamiento.

La morfología observada de los nanoporos presentes en la película de óxido de las muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas con combinación de ácidos sulfúrico – bórico es de un conjunto de nanoporos alineados, desarrollados por toda la superficie de forma hexagonal y simulando un panal de abejas, la superficie porosa es muy similar a la obtenida con proceso de anodizado con electrolitos a base de ácido sulfúrico o ácido oxálico, presentando diámetros de poro de alrededor de 18.5 nm [9].

Las condiciones de los procesos de anodizado tienen una gran influencia en las propiedades y la morfología de la película de óxido formada, el uso de concentraciones de ácidos, voltajes y temperaturas de anodizado bajas nos permite obtener películas menos porosas. Por otro lado, concentraciones de ácido altas, voltajes y temperaturas altas producen una morfología con poros mayores [2]. El análisis de los resultados obtenidos nos muestran que para una concentración de 3% en peso de ácido bórico se obtuvieron los diámetros de poro mayores y para concentración con 1% en peso de ácido bórico se obtuvieron los diámetros de poros menores. Para los procesos de anodizado a 25 volts se observaron diámetros de poro mayores y para 15 volts se obtuvieron los diámetros de poro menores. Sin embargo, este comportamiento no se logró corroborar para los resultados obtenidos con variaciones de temperatura de anodizado ya que no se visualizó un comportamiento que conforme aumenta la temperatura también aumente el diámetro de poros de anodizado.

El comportamiento gráfico del diámetro de poros con respecto a la adición de ácido bórico nos muestra que podría estar relacionado con la nanodureza presentada por las muestras con película de óxido, se observa que con mayor adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado el diámetro de los nanoporos y la nanodureza se incrementan. Esta característica también es observada en el análisis de rugosidad media R_a y longitud Z , ya que de manera similar el incremento en adición de ácido bórico provoca un incremento en la rugosidad media de la superficie de película de óxido. La revisión de trabajos previos de anodizados de aluminio con soluciones electrolíticas de ácido sulfúrico han demostrado que ciertas propiedades mecánicas pueden estar relacionadas con el diámetro de nanoporos, características que en este trabajo se han observado para las propiedades de nanodureza, rugosidad media R_a y longitud Z con proceso de anodizado de aluminio con solución electrolítica de combinación de ácidos sulfúrico – bórico.

7.11 Análisis de respuesta corriente – tiempo.

Los resultados de las lecturas de los valores de respuesta corriente – tiempo presentados durante el proceso de anodizado de aluminio 2024-T3 a diferentes parámetros de concentración electrolítica, temperatura y voltaje se presentan en las **figuras 42, 43 y 44**. Todas las muestras fueron anodizadas durante 40 minutos, tiempo en el cual se tomaron mediciones de la corriente eléctrica en amperes demandada por el sistema de celda electrolítica de anodizado.

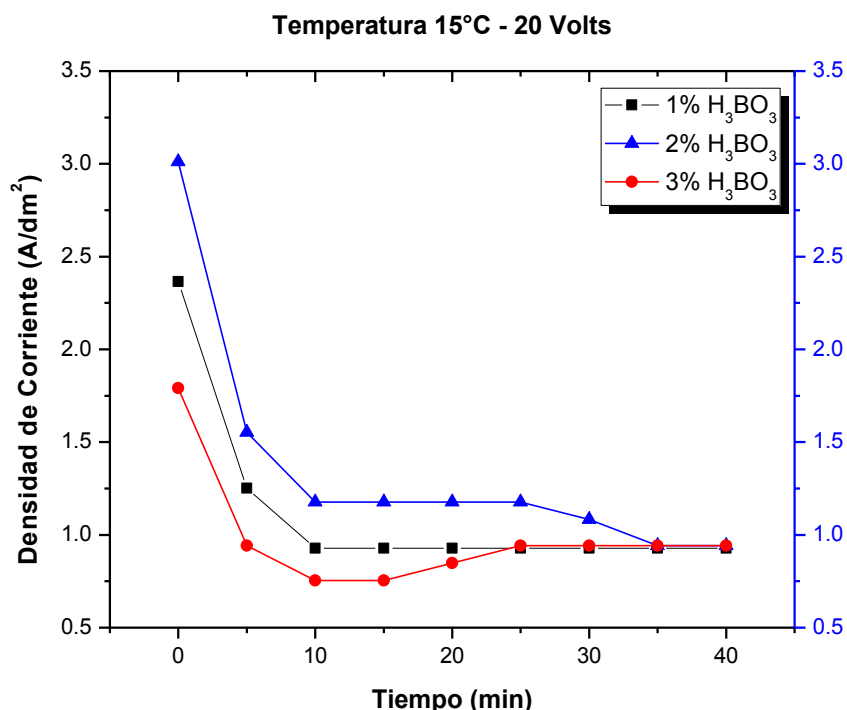


Figura 42. Grafica de respuesta corriente – tiempo para muestras de aluminio 2024 anodizado a 15°C, 20 volts y concentraciones electrolíticas de 1, 2 y 3% de H₃BO₃.

En la **figura 42** podemos observar la grafica de tiempo contra densidad de corriente de muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas a temperatura de 15°C, voltaje de anodizado de 20 volts y concentraciones de solución electrolítica de 1, 2 y 3% en peso de ácido bórico. En esta grafica podemos analizar la influencia que presenta la adición de ácido bórico en la solución electrolítica de anodizado sobre la densidad de corriente demandada por el sistema de celda electrolítica durante el proceso de anodizado. La mayor demanda de densidad de corriente se presenta con una adición de ácido bórico del 2% en peso, seguido por la adición de 1% en peso de ácido bórico y la menor de manda de densidad de corriente la presenta la

adición de 3% de ácido bórico. La gráfica presenta un comportamiento clásico de demanda de densidad de corriente contra tiempo de anodizado para este tipo de procesos, en la primer etapa presenta un pico máximo disminuyen rápidamente en los primeros 5 minutos del proceso, en el tiempo de 5 a 10 minutos presenta una reducción más retardada de demanda para pasar a la estabilidad después de los 10 minutos continuando con este comportamiento hasta los 40 minutos de duración del proceso de anodizado.

La **figura 43** presenta la gráfica de tiempo contra densidad de corriente de muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas a concentración electrolítica de 1% en peso de ácido bórico, 20 volts de anodizado y temperaturas de 10, 15 y 20°C. De esta gráfica podemos analizar la influencia que presenta la variación en la temperatura de solución electrolítica anodizado sobre la densidad de corriente demandada por el sistema de celda electrolítica durante el proceso de anodizado.

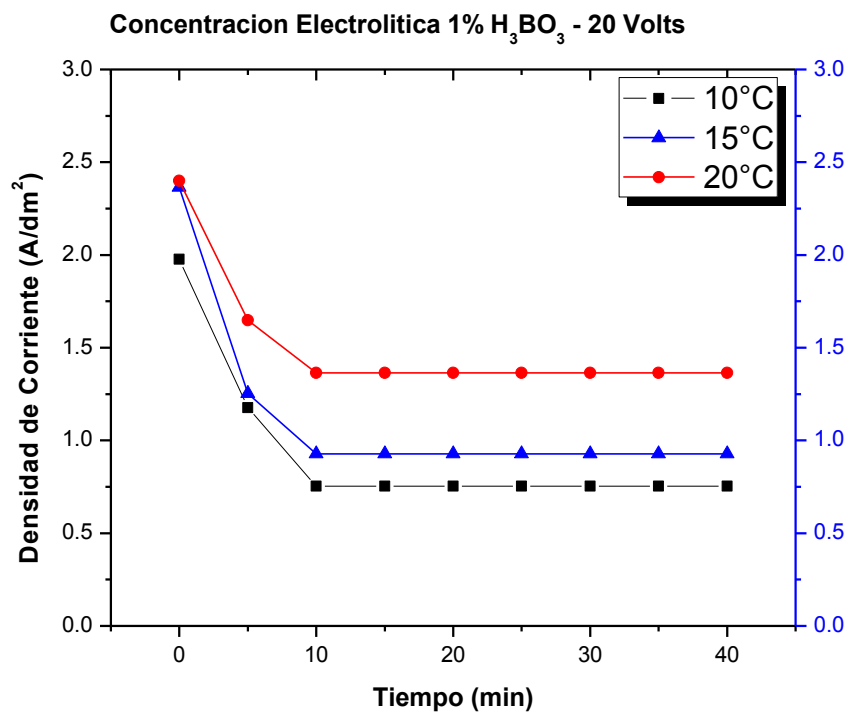


Figura 43. Gráfica de respuesta corriente – tiempo para muestras de aluminio 2024 anodizado a 1% de H₃BO₃, 20 volts y temperaturas de anodizado de 10, 15 y 20°C.

La mayor demanda de densidad de corriente se presenta con una temperatura de solución de 20°C, seguida por la temperatura de 15°C y presentando la menor demanda de densidad de corriente a una temperatura de solución electrolítica de anodizado de 10°C. Esta gráfica

también presenta el comportamiento clásico de demanda de densidad de corriente contra tiempo de anodizado para este tipo de procesos.

Finalmente la **figura 44** presenta la grafica de tiempo contra densidad de corriente de muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas a concentración electrolítica de 1% en peso de ácido bórico, temperatura de 15°C y voltajes de anodizado de 15, 20 y 25 volts. De esta grafica podemos analizar la influencia que presenta la variación en los voltajes de anodizado sobre la densidad de corriente demandada por el sistema de celda electrolítica en el proceso de anodizado.

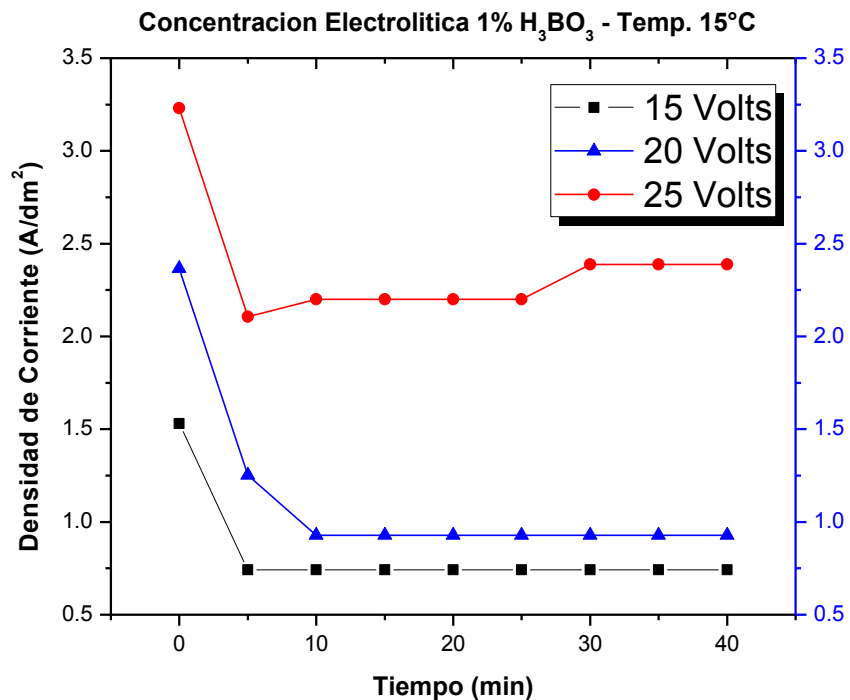


Figura 44. Grafica de respuesta corriente – tiempo para muestras de aluminio 2024 anodizado a 1% de H₃BO₃, 15°C y voltajes de anodizado de 15, 20 y 25 volts.

La mayor demanda de densidad de corriente se presenta con un voltaje de anodizado de 25 volts, seguido del proceso de anodizado a 20 volts y el anodizado con voltaje de 15 volts presenta la menor demanda de densidad de corriente. El comportamiento general observado en el total de graficas analizadas de respuesta corriente – tiempo fue el esperado para la descripción de formación de película de anodizado porosa en una aleación para anodizados a voltaje constante. De esta forma, el surgimiento de un pico de corriente máxima seguido por la caída de esta misma observada aproximadamente en los primeros diez minutos para todos los casos corresponde al establecimiento inicial de la barrera de oxido sobre la

superficie del aluminio, seguido por el periodo transitorio asociado con el inicio de la formación de la morfología porosa sobre la barrera de oxido. Después de estos diez minutos y hasta el final del anodizado se logra un subsecuente estado relativamente estable de corriente constante que evidencia el establecimiento y desarrollo de la morfología porosa [4].

Los resultados observados en el análisis de las graficas de respuesta corriente - tiempo pueden estar directamente relacionados con los resultados que presenta la adición de acido bórico a la solución electrolítica de anodizado en el análisis de espesor de anodizado, picaduras de oxidación y microdureza knoop (HK). La adición de 3% de acido bórico a la solución electrolítica de anodizado presenta la menor demanda de densidad de corriente, lo cual indica que las muestras sometidas al proceso de anodizado presentan menor resistencia al proceso de oxidación de la superficie de aluminio 2024-T3 permitiendo un crecimiento de película de oxido mayor como se comprueba en el análisis de espesor de anodizado, en el cual se obtiene el mayor espesor a una concentración de 3% de acido bórico; en el análisis de picaduras de oxidación la mayor densidad de área con picaduras de oxidación se obtiene con una adición de 3% de acido bórico, con lo cual es posible definir que al presentar menor resistencia al proceso de oxidación se presenta mayor ataque a las zonas de precipitados donde se generan las picaduras de oxidación; la microdureza posiblemente este también relacionada con la densidad de corriente demandada por el sistema de anodizado, con la adición de 3% de acido bórico se obtienen los valores mayores de microdureza y la menor demanda de corriente que permite mayor crecimiento de película de oxido con la cual se presentan las valores de microdureza mayores.

De manera contraria con una adición de 2% en peso de acido bórico a la solución electrolítica de anodizado se presenta la mayor demanda de densidad de corriente, con la cual se presentan los valores menores de espesor de anodizado, densidad de área de picaduras de oxidación y microdureza; al presentar una mayor demanda de densidad de corriente las muestras sometidas al proceso de anodizado presentan mayor resistencia al proceso de oxidación presentando espesores de película, densidades de área de picaduras de oxidación y microdurezas menores, contrario a lo ocurrido con la adición de 3% en peso de acido bórico.

VIII. CONCLUSIONES.

El mayor crecimiento de película de anodizado se presenta al adicionar un 3% de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado. Los parámetros de anodizado de temperatura y voltaje presentaron un comportamiento esperado; con el uso de temperaturas y voltajes de anodizado bajos se obtuvieron espesores pequeños y el uso de temperaturas y voltajes altos produjeron espesores altos.

La morfología de la película de anodizado del total de piezas presentan una superficie rugosa conformada por visibles líneas verticales debidas a la preparación metalográfica la cual es disminuida considerablemente por el proceso de anodizado; además se observó picaduras de oxidación generalizada en la superficie del aluminio anodizado, específicamente en la interface metal/película.

Los huecos generados en la película de anodizado debidos a las picaduras de oxidación presentan una morfología en algunos casos completamente cilíndrica, con una cavidad de hueco que se extiende hasta la superficie del metal base y paredes de hueco relativamente lisas; en otros casos se observaron huecos de morfología no definida, con cavidad de huecos que se extienden hasta el metal base, y las paredes de hueco de oxidación presentan una morfología irregular.

El mecanismo de picaduras de oxidación presente en la superficie del aluminio 2024-T3 corresponde al desprendimiento de elementos aleantes, generado por la oxidación del aluminio en la interface metal/precipitado, provocando así las picaduras de oxidación y por consecuencia los huecos en la película de anodizado.

El menor ataque por picaduras de oxidación y las densidades de área de ataque menores se obtuvieron al adicionar 2% en peso de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado; la temperatura de anodizado que presentó mejores resultados con picaduras de oxidación y densidades de área menores fue la de 10°C.

Los elementos presentes en las muestras previo al proceso de anodizado fueron Al, Cu, Mg, Si y Mn, los cuales son los principales elementos aleantes del aluminio 2024-T3; después del proceso de anodizado, se observa la presencia principalmente de Al, O y S, con lo cual se confirma la generación de la película de anodizado sobre la superficie del aluminio.

El análisis por difracción de rayos X muestra los picos de difracción clásicos del aluminio, los cuales son atribuibles al sustrato o material base y a la presencia de aluminio en la película de óxido en forma de Al_2O_3 principalmente; también se observa la presencia del óxido de aluminio (Al_2O_3) con una estructura no cristalina.

La microdureza knoop de las muestras de aluminio 2024-T3 anodizadas es superior a la presentada por el aluminio 2024-T3 sin proceso de anodizado. Con estos resultados observados podemos establecer que la microdureza alcanza sus valores más altos con adiciones de ácido bórico del 3% en peso, temperaturas de solución electrolítica de 20°C y voltaje de anodizado de 20 volts.

El proceso de anodizado de aluminio 2024-T3 con combinación de ácido sulfúrico - bórico mejora la propiedad de nanodureza desarrollada sobre la superficie de película de óxido de las piezas anodizadas en comparación con las piezas de aluminio 2024-T3 sin película de óxido. El incremento de la adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado aumenta la nanodureza de la película de óxido obtenida, por lo contrario, el aumento de la temperatura de solución electrolítica disminuye la nanodureza de la película de óxido y los valores mayores de nanodureza se obtienen con los voltajes de anodizado mínimos.

El incremento de la adición de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado aumenta el módulo de elasticidad de la película de óxido presentando los mejores valores en adiciones de 2 a 3 % en peso de ácido bórico, por lo contrario, el aumento de la temperatura de solución electrolítica y voltaje de anodizado disminuyen el módulo de elasticidad presentando los mejores resultados a 10°C y 15 volts respectivamente.

Los mejores resultados de rugosidad media R_a de las muestras de aluminio 2024-T3 anodizado se lograron con valores de adición de ácido bórico de 1%, temperatura de solución electrolítica de 10°C y voltaje de anodizado de 15 volts; el anodizado de aluminio 2024-T3 con solución de ácido sulfúrico - bórico reduce la rugosidad media R_a de la superficie del aluminio 2024-T3.

La mayor adición de ácido bórico en la solución electrolítica de anodizado resulta en la obtención de diámetros de poro mayores, con esto para una concentración de 3% en peso de ácido bórico se obtuvieron los diámetros de poro mayores; la influencia del voltaje de anodizado presenta que a 25 volts se observaron diámetros de poro mayores y para 15 volts se obtuvieron los diámetros de poro menores.

Los gráficos obtenidos de la respuesta corriente – tiempo fueron los esperados, con una demanda máxima inicial que disminuye rápidamente en los próximos 5 minutos y alcanzar su estado estable alrededor de los 10 minutos hasta el final del proceso de anodizado; la adición de 3% de ácido bórico a la solución electrolítica de anodizado presenta la menor demanda de densidad de corriente, siendo la adición de 2% en peso de ácido bórico la que presenta la mayor demanda de densidad de corriente.

Analizando todos los resultados obtenidos se observó que la modificación de las condiciones de anodizado cambian significativamente la tendencia de resultados de una característica evaluada a otra; las condiciones de anodizado que presentaron los mejores resultados para cada una de las características evaluadas se muestran en la **tabla 11**, mostrada a continuación:

Tabla 11. Condiciones de anodizado que presentaron los mejores resultados por cada característica evaluada.

Característica Evaluada	Condiciones de Anodizado		
	% de H ₃ BO ₃	Temp (°C)	Voltaje (V)
a) Mayor espesor de película de anodizado.	3	20	25
b) Mejor control de picaduras de oxidación.	2	10	20
c) Mayor microdureza knoop (HK).	3	20	20
d) Mayor nanodureza (H).	3	10	15
e) Mayor modulo de elasticidad (E).	2	10	15
f) Disminución de rugosidad media (Ra).	1	10	15
g) Menor diámetro de poros de anodizado.	1	20	15

Evaluando toda la información obtenida, las condiciones recomendadas para desarrollar el mejor proceso de anodizado de aluminio 2024-T3 con combinación de ácido sulfúrico – bórico serian las siguientes:

- Acido sulfúrico: 5% en peso.
- Acido bórico: 2% en peso.
- Temperatura de baño electrolítico: 10°C.
- Voltaje de anodizado: 15 volts.

IX. BIBLIOGRAFIA.

- [1]** Catherine M. Cotell, James A. Sprague y Fred A. Smidt, Jr. (1994), Surface Engineering, ASM International Handbook, Volume 5.
- [2]** Charles A. Grubbs, Anodizing of Aluminum, Surface Treatments, Charlie Grubbs Consulting, Lakeland, FLA.
- [3]** Anne Deacon, Overview of Anodizing in the Aerospace Industry, Technically Speaking, Aluconsult, LLC, San Diego, CA.
- [4]** G.E. Thompson, L. Zhang, C.J.E Smith y P. Skeldon (1999), Boric / Sulfuric Acid Anodizing of Aluminum Alloys 2024 and 7075: Film Growth and Corrosion Resistance, Pro Quest Materials Science Collection, 55, 11, pp. 1052.
- [5]** Jin-Sheng Zhang, Xu-Hui Zhao, Yu Zuo, Jin-Ping Xiong (2007), The Bonding Strength and Corrosion Resistance of Aluminum Alloy by Anodizing Treatment in a Phosphoric Acid Modified Boric Acid / Sulfuric Acid Bath, Surface & Coating Technology.
- [6]** Y. Sepulveda, M.A. Paez, J.H. Zagal, J. Henriquez, J. Pavez, A. Monsalve, O. Bustos y G.E. Thompson (2001), Anodizing of Al 2024-T3 in Mixtures of Sulfuric – Boric Acids, Universidad de Santiago de Chile.
- [7]** A. Camargo, W. Aperador, A. Rios, C. Ortiz y E. Vera (2009), Caracterización Mediante Espectroscopia de Impedancia Electroquímica de Películas Anódicas Crecidas sobre Al 2024-T3, Revista Colombiana de Física, Volumen 41, No. 2.
- [8]** A. Camargo, W. Aperador, C. Ortiz y E. Vera (2009), Influencia de la Densidad de Corriente en el Anodizado de Aluminio 2024-T3, Revista Colombiana de Física, Volumen 41, No. 2.
- [9]** MA Song-Jiang, LUO Peng, ZHOU Hai-Hui, FU Chao-Peng, KUANG Ya-Fei (2008), Preparation of Anodic Films on 2024 Aluminum Alloy in Boric Acid Containing Mixed Electrolyte, Transactions of Nonferrous Metals Society of China.
- [10]** José Antonio Ortega Maiquez (1990), Corrosión Industrial, Marcombo, S.A., Barcelona, España.
- [11]** G.E. Thompson, H. Habazaki, K. Shimizu, M. Sakairi, P. Skeldon, X. Zhou y G.C. Wood (1999), Anodizing of Aluminum Alloys, Aircraft Engineering and Aerospace Technology, Volume 71, Number 3, pp. 228 – 238.
- [12]** Geoff Neuss (2001), Chemistry for the IB Diploma, Oxford University Press.
- [13]** Nestor Perez (2004), Electrochemistry and corrosion science, Kluwer Academic Publishers, United States of America.
- [14]** Kenneth R. Trethewey y John Chamberlain (1995), Corrosion for science and engineering, Longman Scientific and Technical, 2nd Edition.